



**COMPORTEMENT HYDRO-MECANIQUE DE
ROCHES RESERVOIR SOUS
CONSTRAINTES : Relations entre évolution de
perméabilité et échelles des mécanismes
d'endommagement**

Jérémie Dautriat

► **To cite this version:**

Jérémie Dautriat. COMPORTEMENT HYDRO-MECANIQUE DE ROCHES RESERVOIR SOUS CONSTRAINTES : Relations entre évolution de perméabilité et échelles des mécanismes d'endommagement. Mécanique [physics.med-ph]. Ecole Polytechnique X, 2009. Français. NNT : . tel-00385777

HAL Id: tel-00385777

<https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-00385777>

Submitted on 20 May 2009

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THESE présentée pour l'obtention du grade de
DOCTEUR DE L'ECOLE POLYTECHNIQUE
Discipline : Mécanique

présentée par
Jérémie DAUTRIAT

Laboratoires d'accueil :

Laboratoire de Mécanique des Solides, Ecole Polytechnique, Palaiseau.

Département Ingénierie de Réservoir, IFP, Rueil-Malmaison.

COMPORTEMENT HYDROMECHANIQUE DE ROCHES RESERVOIR SOUS CONTRAINTES
Relations entre évolution de perméabilité et échelles des mécanismes d'endommagement

Soutenue publiquement le 19 janvier 2009, devant le jury composé de :

M. Yves	GUEGUEN	Ecole Normale Supérieure, Paris	Président
M. Christian	DAVID	Université de Cergy-Pontoise	Rapporteur
M. Jean	SULEM	Ecole Nat. des Ponts et Chaussées	Rapporteur
M. Michel	BORNERT	Ecole Polytechnique, Palaiseau	Examineur
M. Georg	DRESEN	GFZ, Potsdam	Examineur
M. Laurent	JEANNIN	GDF Suez, St Denis	Examineur
M. Jean	RAPHANEL	Ecole Polytechnique, Palaiseau	Directeur
M. Alexandre	DIMANOV	Ecole Polytechnique, Palaiseau	Co-Directeur
M. Nicolas	GLAND	IFP, Rueil-Malmaison	Encadrant IFP

*« Ce n'est pas parce que les choses sont difficiles que nous n'osons pas,
C'est parce que nous n'osons pas qu'elles sont difficiles. »*

Sénèque. Lettre à Lucilius

Remerciements

A l'heure d'exprimer ma reconnaissance envers les personnes qui ont, de près ou de loin, permis de mener ce travail à terme, je tiens tout d'abord à remercier mon encadrant à l'IFP, Nicolas Gland. Son investissement dans ce projet, son soutien (suite aux nombreux ratages expérimentaux) ainsi que sa disponibilité (dimanches soirs compris) sont pour beaucoup dans l'accomplissement de ce travail. Merci également pour nos nombreuses discussions, clés de 11 en main ou machine de calcul devant les yeux, et pour la liberté d'esprit que tu m'as laissée. Finalement, Merci pour l'ensemble de ces trois années. De tes compétences scientifiques et de tes qualités humaines, je retiendrais beaucoup! Trouves en ces quelques lignes l'expression de mes sincères amitiés.

Je remercie très chaleureusement mon directeur de thèse, Jean Raphanel, pour m'avoir accordé sa confiance et avoir accepté d'encadrer cette thèse. Je salue également la pertinence de ses réflexions mettant souvent l'accent sur quelques fondamentaux, sa bonne humeur et ses bons mots.

Enfin pour compléter ce trio de choc, j'adresse également un grand merci à mon co-directeur (jamais 2 sans 3), Alexandre Dimanov. J'occulterais ici la tentative d'empoisonnement aux crêpes rances, et me contenterai de t'adresser mes sincères remerciements pour nos nombreuses discussions, toujours ponctuées d'humour, et pour tes précieux conseils d'expérimentateur chevronné. Nous n'avons malheureusement pu travailler sur les matériaux synthétiques, j'espère que ce n'est que partie remise. Enfin pour finir ce paragraphe, je tiens à remercier sincèrement ce trio pour leurs encouragements et leur disponibilité au cours des deux derniers et éprouvants mois correspondant à la rédaction de ce manuscrit.

Je souhaite également adresser mes remerciements à Messieurs Christian David et Jean Sulem, qui ont accepté d'être rapporteurs de ce mémoire et je tiens à les remercier pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail et pour leurs précieuses remarques.

Je souhaite également exprimer ma gratitude à Monsieur Yves Gueguen, pour m'avoir fait l'honneur de présider le jury et avoir animé la discussion.

Messieurs Michel Bornert, Georg Dresen et Laurent Jeannin ont accepté également d'évaluer ce travail. Je les en remercie sincèrement.

Outre pour sa participation à l'évaluation de ce travail, je tiens à remercier tout particulièrement Michel Bornert. Je lui suis extrêmement reconnaissant de m'avoir initié aux fascinantes techniques de la corrélation d'images et pour les nombreuses discussions qui ont accompagné le traitement des données. Je me dois de remercier également Daniel Caldemaison et Pierre Valli, pour leur aide à la préparation et à la réalisation des essais in-situ, respectivement MEB et Optique au LMS.

Olga Vizika-Kavvadias et Jean-Marc Lombard ont soutenu et permis le financement de ce projet au sein de l'IFP. Je les en remercie sincèrement.

Le dispositif expérimental n'aurait certainement jamais vu le jour, ni pu fonctionner 'correctement', sans un certain nombre d'intervenants. J'adresse ici mes plus chaleureux remerciements à Jean Guelard¹, pour m'avoir formé à l'utilisation de l'ensemble des périphériques de la cellule triaxiale, son aide à la réalisation des manips et pour son investissement dans ce projet, mais également à Eric Ferné, pour son assistance technique et nous avoir permis de faire évoluer le dispositif tout au long de ce projet. Merci également à Elisabeth Bemer pour nos nombreuses discussions sur l'interprétation de nos premiers résultats et pour la réalisation des manips annexes ayant permis de valider ceux-ci. Pour la rapidité de leurs interventions en périodes de pannes, je souhaite également exprimer ma gratitude à l'ensemble du personnel de l'« atelier » à l'IFP. Mon arrivée dans la division correspond, à quelques semaines près, à celle du microtomographe. Je remercie Elisabeth Rosenberg pour les nombreux conseils qu'elle m'a prodigué quand aux reconstructions. Un grand merci à Souhail Youssef pour les reconstructions de

réseau de pore équivalent, pour nos nombreuses discussions-pauses-café-clopes et l'amitié s'étant ainsi créée. Corinne Fichen et Marie-Claude Lynch ont passé nombres d'échantillons, souvent dans l'urgence, aussi bien au scanner médical qu'au microtomographe. Je les remercie très chaleureusement.

Ces trois années ont été ponctuées, comment dire, de quelques aléas expérimentaux (doux euphémisme). Sans la collaboration et l'aide de l'ensemble des techniciens du département Ingénierie de Réservoir à l'IFP, je pense que je serais toujours à la recherche de la vanne ou du tubing manquant. Par conséquent pour tous les p'tits coups de main quotidiens, j'adresse mes plus chaleureux remerciements à ces messieurs Jean-Marc, Matthieu, Laurent, François ... et à ces dames Joëlle, Françoise ... Sans oublier un grand merci à Mesdames Sylvie Gouzien, Sabine Martin, Liliane Quéru et Christiane Periam pour m'avoir facilité certaines démarches administratives.

Je tiens également à adresser mes remerciements à Messieurs Rémi Champallier et Eric Maire pour m'avoir ouvert les portes de leurs laboratoires, respectivement l'ISTO (Orléans) et l'INSA (Lyon). Je n'ai malheureusement pu évoquer dans ce mémoire les résultats de nos travaux communs, j'espère me rattraper sous peu !

J'adresse également mes meilleurs salutations à l'ensemble des membres de l'équipe "Tectonique et Pétrophysique" des bassins de l'Université de Cergy-Pontoise, pour avoir guidé mes choix d'orientation et leur soutien durant tout mon cursus universitaire.

Salut aux Reda, Pat, Marou, Ben, Aurélien, 'la Cozic', Emilie, Momo, thésards, post-doc, ..., entre Paris, Rio, Pau, Montréal, Rueil, Solaize pour les moments passés ensemble aux cours de ces trois ans, qui ont fait déborder la boîte à souvenirs (Celle-ci ayant effectivement débordé, les absents pourront trouver leurs noms en lieu et place des « ... »). Une pensée au co-bureaux qui se sont succédés, mention spéciale à Carlito (Je n'écouterai plus jamais Norah Jones !) et Seta 'Roubi', pour m'avoir supporté pendant quelques mois.

Enfin j'adresse un 'Big Up' à la 'Marx Do' Family' @ 'LMDH-Connection', à base de 't'as vu, gros', ainsi que mes respects aux Docteurs ou futur-Docteurs LeGuillou, Bonnefoy (qui sait), Bouchez, Lucas, Bernard et Cubas. Bonne continuation les gens et merci pour les wunderschön moments passés ensemble au cours de ces trois ans... Merci également à tous les gens qui ont mis un jour les pieds dans cette colocation et merci à ceux qui en sont ressortis !

Un dernier mot pour la famille ; merci à Aurélie, Mathias et maintenant Orion 'Boubou' Dautriat d'être tout simplement présents, et un grand merci à mes parents pour leur soutien durant ces longues années d'étude ... Ce travail leur est dédié.

Note de l'auteur :

Afin d'apprécier pleinement le contenu de ce mémoire, je vous recommande vivement d'agrémenter votre lecture d'une Weißbier très fraîche et de quelques Bretzels ... Cordialement. J.D.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE 1 - CONCEPTS FONDAMENTAUX ET ELEMENTS BIBLIOGRAPHIQUES.5	
1.1. Introduction : Géomécanique et Ingénierie de Réservoir	7
1.1.1. Compaction à l'échelle du réservoir	7
1.1.2. Importance d'une approche à différentes échelles d'investigation	10
1.2. Notions de perméabilité	11
1.2.1. La loi de Darcy	11
1.2.2. Limites de la loi de Darcy	12
1.3. Perméabilité et caractéristiques du milieu poreux	14
1.3.1. Relations porosité/perméabilité	14
1.3.2. Influence de la présence d'argiles	17
1.4. Influence de la pression sur la perméabilité	18
1.4.1. Perméabilité et contraintes effectives	18
1.4.2. Perméabilité sous chargement isotrope	20
1.5. Perméabilité et contraintes déviatoriques	22
1.5.1. Évolution de Perméabilité et mode de rupture	23
1.5.2. Importance du chemin de chargement	25
1.6. Anisotropie de perméabilité	27
1.7. Synthèse	30
CHAPITRE 2 – METHODES EXPERIMENTALES	33
2.1. Présentation du dispositif de Mesures Sous Contraintes	35
2.1.1. Cellule triaxiale et circuit de régulation des pressions axiale et de confinement	35
2.1.2. Circuit de régulation sur le milieu poreux	39
2.2. Mesures en cours d'essai	39
2.2.1. Mesure des déformations	40
2.2.2. Mesure des variations du volume poreux (en condition drainée)	41
2.2.3. Mesure des perméabilités directionnelles	43
2.3. Mise en place de l'essai	47
2.3.1. Préparation des échantillons	47
2.3.2. Mesure de la porosité initiale	47
2.3.3. Montage de la cellule	48
2.4. Quantification des incertitudes de mesures	49

2.4.1. Correction des erreurs de mesure de déformation	49
2.4.2. Incertitudes sur les mesures de perméabilité.....	52
2.5. Post-traitement numérique des données de perméabilités radiales	54
2.5.1. Etat de l'art.....	54
2.5.2. Facteur géométrique pour un milieu homogène de perméabilité isotrope.....	56
2.5.3. Facteur géométrique pour un milieu homogène de perméabilité anisotrope	57
2.6. Limites du dispositif.....	58
2.6.1. Charge maximale accessible	58
2.6.2. Asservissement.....	59
2.6.3. Détermination du tenseur d'anisotropie de perméabilité	60
2.7. Méthodologie de caractérisation pétrophysique	65
2.7.1. Mesure de porosité par la méthode d'expansion du gaz	65
2.7.2. Porosimétrie par intrusion de mercure.	66
2.7.3. Tomodensitométrie par rayon X	67
2.7.4. Analyse structurale tridimensionnelle par microtomographie RX	70
2.7.5. Anisotropie des vitesses acoustiques des ondes P (AVP).....	71

CHAPITRE 3 - COMPORTEMENT HYDROMECHANIQUE

DES GRES DE FONTAINEBLEAU ET DE BENTHEIM..... 73

3.1. Matériaux	75
3.1.1. Le grès de Fontainebleau	75
3.1.2. Le grès de Bentheim	77
3.2. Propriétés mécaniques.....	81
3.2.1. Définition des paramètres mécaniques et poroélastiques.	81
3.2.2. Propriétés mécaniques du grès de Fontainebleau	83
3.2.3. Propriétés mécaniques du grès de Bentheim.....	85
3.3. Evolution des perméabilités directionnelles des grès sous contraintes	87

- PUBLICATION 1 -

Axial and Radial Permeability Evolutions of Compressed Sandstones 87

CHAPITRE 4 - COMPORTEMENT HYDROMECHANIQUE DU CARBONATE

D'ESTAILLADES : Etude expérimentale de l'impact du chemin de chargement sur les propriétés mécaniques et hydraulique..... 113

4.1. Introduction.....	115
4.2. Matériau d'étude : Le carbonate d'Estailades.....	117
4.2.1. Caractéristiques pétrologiques	117
4.2.2. Caractéristiques du réseau poreux.....	118
4.3. Déroulement de la campagne de mesures.....	123
4.3.1. Essai préliminaire en chargement hydrostatique	123
4.3.2. Campagne d'essais et de mesures	125
4.3.3. Fluctuations des perméabilités directionnelles	128

4.4. Détermination des propriétés mécaniques du carbonate d’Estailades	129
4.4.1. Modules élastiques effectifs	129
4.4.2. Essais avec couplage poromécanique : Echantillon EST_Q.....	130
4.5. Chemin de chargement et mécanismes d’endommagement	133
4.5.1. Fracturation en régime fragile.....	133
4.5.2. Régimes de compaction	134
4.6. Effet du chemin de chargement sur les compressibilités.....	140
4.6.1. Effet d’hétérogénéité sur la compressibilité totale.....	140
4.6.2. Evolutions des compressibilités avec l’endommagement.....	141
4.7. Evolutions des perméabilités directionnelles sous chargement	143
4.7.1. Perméabilités en régime de déformation fragile	143
4.7.2. Influence du chemin de chargement sur les perméabilités.	144
4.7.3. Modélisation par l’approche de Kozeny-Carman	146
4.8. Analyse microstructurale des échantillons déformés	148
4.8.1. Impact du chemin de chargement sur la distribution des tailles de seuils	148
4.8.2. Analyse microstructurale des mécanismes d’endommagement.....	150
4.9. Modélisation de la rupture.....	153
4.9.1. Seuils de rupture.....	153
4.9.2. Application et limites du modèle elliptique pour le carbonate d’Estailades.....	154
4.9.3. Normalisation des pressions critiques par la porosité	155
4.10. Synthèse de l’étude.....	164

CHAPITRE 5 - MICROTOMOGRAPHIE RX ET

MODELISATION A L’ECHELLE DU PORE

5.1. Modélisation réseau de pore	169
5.1.1. Méthodologie d’extraction du réseau équivalent à partir de l’imagerie.	169
5.1.2. Modélisation des écoulements monophasiques	170
5.1.3. Modélisation des écoulements et de la dépendance en pression.....	172
5.2. Application au grès de Bentheim et au carbonate d’Estailades	173

-PUBLICATION 2-

Stress dependent directional permeabilities of two analog reservoir rocks :

A Prospective Study on Apport of Micro Tomography and Pore Network Modeling

CHAPITRE 6 - APPORT DES MESURES DE CHAMPS

PAR CORRELATION D’IMAGES.....

6.1. Introduction.....	193
6.2. Principes de la corrélation d’images numériques	195
6.2.1. Mesure du champ de déplacements	195
6.2.2. Calcul du champ de déformation	197
6.2.3. Importance du marquage des surfaces	199
6.3. Essais mécaniques mis en œuvre	200

6.3.1. Essais Macroscopiques couplés à l'acquisition d'images.....	200
6.3.2. Essai in situ sous Microscope Electronique à Balayage	203
6.4. Evaluation des incertitudes de mesures	208
6.4.1. Origines des incertitudes.....	208
6.4.2. Incertitudes liées au traitement d'images acquises lors d'essais macroscopiques.....	210
6.4.3. Incertitudes liées au traitement d'images acquises sous MEB.	213
6.5. Effets d'échelles et mécanismes de déformation du carbonate.....	216
6.5.1. Réponse mécanique des échantillons macroscopiques	216
6.5.2. Mécanismes de déformation à l'échelle de la microstructure.....	224
6.5.3. Apport de l'observation in-situ à la compréhension du comportement hydromécanique sous chargement triaxial.	231
6.6. Comportement mécanique du grès de Bentheim	233
6.6.1. Réponse mécanique de l'échantillon macroscopique	233
6.6.2. Réponse mécanique à l'échelle microscopique	236
6.6.3. Impact sur les mécanismes à la rupture	238
6.7. Synthèses de l'étude	239
6.7.1. Quelques conclusions	239
6.7.2. Et de nombreuses perspectives ...	241
 CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	 243
 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	 247
 - ANNEXE 1 -	 259
Résultats expérimentaux sur le calcaire d'Estailades	259
 - ANNEXE 2 - PUBLICATION 3.....	 275
Laboratory determination of stress-path dependency of directional permeabilities of Estailades limestone	275

INTRODUCTION GENERALE

Ces dernières années ont montré des fluctuations très importantes du prix du baril de pétrole. Celles-ci reflètent entre autre une demande mondiale grandissante en hydrocarbures, notamment en raison de la croissance extraordinaire de certains pays en voie de développement, comme l'Inde et la Chine, en passe de devenir des puissances économiques incontournables. Mais, la volatilité du marché reflète aussi les craintes et les incertitudes quant aux réserves mondiales disponibles, ou exploitables. Pour certains champs pétroliers le taux de récupération n'excède pas le quart des hydrocarbures disponibles. Cette situation est parfois seulement due à l'équilibre financier entre investissements à la production et marges bénéficiaires, mais parfois aussi à des difficultés techniques en relation avec le type de gisement. Cependant, avec les fortes augmentations couplées du prix de vente et de la demande, les compagnies pétrolières s'intéressent de plus en plus aux réservoirs pétroliers jusqu'alors considérés comme non rentables. Dans ces cas il s'agit naturellement d'optimiser le rendement de ces derniers en investissant dans l'infrastructure de production. Ces investissements se basent sur des études avancées qui font appel à des outils de simulation numérique couplés, et qui permettent d'améliorer les estimations de productibilité par une meilleure prise en compte des phénomènes mécaniques et physiques ayant des impacts sur les cinétiques de production et le taux de récupération. La prise en compte des effets hydromécaniques (couplages entre propriétés mécaniques d'un milieu poreux perméable et l'écoulement d'un fluide à travers le réseau poreux) constitue une avancée majeure dans ce domaine, notamment lorsque les variations de contraintes au sein du réservoir en cours de production provoquent des changements significatifs au niveau des propriétés d'écoulement des hydrocarbures. C'est particulièrement le cas des réservoirs peu consolidés, mais aussi des réservoirs plus compacts dits de Haute Pression / Haute Température (HP/HT), qui représentent une fraction notable des gisements d'hydrocarbure mis en exploitation actuellement. Dans le cadre des réservoirs peu consolidés (en général, peu enfouis), les variations de contraintes sont souvent faibles, mais inversement, les variations des propriétés d'écoulement qui leur sont associées peuvent être importantes, compte tenu des grandes compressibilités des milieux fortement poreux. Les réservoirs HP/HT (en général, plus enfouis) sont souvent plus compacts, mais les variations de contraintes peuvent y être plus importantes. Les modèles de simulation numérique utilisés dans ces études sont

construits et paramétrés selon les données expérimentales obtenues en laboratoire lors d'essais hydromécaniques sur échantillons de roches réservoir.

Enfin, dans le cadre des accords internationaux de réduction des gaz à effet de serre, les compagnies pétrolières sont de plus en plus sollicitées, notamment à travers des projets pilotes, pour mettre en pratique le concept de la séquestration de gaz carbonique en formations géologiques. En effet, le stockage souterrain de CO_2 par injection dans des aquifères salins profonds, ou dans des réservoirs d'hydrocarbures déplétés, est perçu comme une des solutions les plus prometteuses pour réduire l'impact de l'activité économique sur le réchauffement planétaire global qui menace nos sociétés. Pour l'heure, cette perspective combine des projets pilotes sur site, des simulations numériques et l'expérimentation en laboratoire. De même qu'en ingénierie des réservoirs pétroliers, les études expérimentales en laboratoire sur les effets hydromécaniques (incluant les interactions roche/fluide agressif) sont essentielles pour mettre en œuvre l'injection souterraine du gaz carbonique dans des conditions de sécurité, et en assurant sa séquestration sur des échelles de temps significatives.

Ce travail de thèse est principalement motivé par les besoins de caractérisation expérimentale dans le domaine des comportements hydromécaniques des roches réservoir. Le travail vise à mesurer, analyser, modéliser et donc prévoir les évolutions de la porosité, mais aussi du champ de perméabilité sous l'action d'un champ de contraintes représentatif des conditions de réservoir. L'étude porte sur des grès et des carbonates, roches représentatives de la plupart des réservoirs pétroliers. L'originalité du travail repose 1) sur la mise en œuvre et le développement d'un équipement expérimental nouveau destiné à réaliser des mesures de perméabilité tri-dimensionnelles sous chargement hydrostatique ou déviatorique, 2) sur une approche multi-échelles intégrant différentes techniques d'analyse, afin de caractériser les microstructures représentatives des roches, ainsi que leur évolution sous chargement mécanique dans différents régimes de déformation, et enfin, d'en tenir compte dans l'interprétation des mesures d'écoulement macroscopiques. Cette approche aura permis certaines améliorations des modèles hydromécaniques standard en tenant compte de paramètres liés à l'évolution de la microstructure, et notamment du réseau poreux.

Cette thèse a été le fruit d'une collaboration étroite, avec mise en commun de moyens techniques, expérimentaux et numériques, et du savoir faire du LMS et l'IFP. Plus précisément, les mesures d'écoulement sous chargement et l'analyse numérique des données, les analyses structurales par tomographie RX et la modélisation de réseau poreux, ainsi que la modélisation numérique d'écoulement ont été menées à l'IFP. Les analyses par mesures de champs de déformation multiéchelles sous chargement in situ, l'identification des mécanismes de déformation mis en jeu et l'élaboration de géomatériaux modèles ont été réalisées au LMS.

Ce manuscrit est construit en six chapitres. Le **Chapitre 1** inscrit cette étude dans son contexte et rend compte de l'importance d'une collaboration étroite entre géomécaniciens et ingénieurs de réservoirs. Ce premier chapitre introductif et bibliographique présente les concepts généraux

permettant de relier la perméabilité aux caractéristiques de la roche, ainsi que les études expérimentales permettant de rendre compte des évolutions de cette propriété sous sollicitations mécaniques sur lesquelles nous avons basé notre travail.

Le **Chapitre 2** présente une partie importante de la méthodologie expérimentale mise en œuvre dans cette étude. Cette méthodologie repose sur une caractérisation fine de la structure initiale et de ses modifications après essais de compression des matériaux d'étude, et ce à différentes échelles. Les essais de caractérisation du comportement hydromécanique sont réalisés sur un dispositif original et unique, qui fera l'objet d'une description détaillée. Celui-ci n'ayant pas été mis à l'épreuve avant le commencement de cette thèse, nous tacherons de présenter les principaux développements apportés, mais également d'en définir les limites.

Le **Chapitre 3** rend compte des résultats d'essais sur les grès de Fontainebleau et de Bentheim. Après une présentation détaillée de ces matériaux, quelques rappels théoriques sur les mesures des paramètres poroélastiques sont exposés. Le calcul de ces paramètres et de l'ensemble des propriétés mesurables par ce dispositif permet de s'assurer, par leur confrontation aux données disponibles dans la littérature, de la validité de nos mesures. La seconde partie de ce chapitre rend compte du comportement hydromécanique de ces deux types de grès sous sollicitations hydrostatiques et uniaxiales. Cette étude a fait l'objet d'un article accepté pour publication dans *Pure and Applied Geophysics* qui constitue la seconde partie de ce chapitre. Les capacités de notre dispositif permettent de mettre en lumière l'impact d'effets expérimentaux, localisé à l'interface entre les pistons et l'échantillon, sur les mesures classiques de perméabilité et de rendre compte de l'impact de la fracturation sur les évolutions des perméabilités directionnelles.

Une seconde campagne expérimentale visant à définir le comportement hydromécanique du carbonate d'Estailades est présenté dans le **Chapitre 4**. La campagne de mesure expérimentale repose alors sur la réalisation d'essais en chargement proportionnel, pouvant être plus représentatif des évolutions du champ de contrainte mesurables sur un champ en cours de production. Une fluctuation notable des propriétés mécaniques et des propriétés de transport peut être mise en évidence entre les différents échantillons testés. Sur la base d'une caractérisation fine de la structure de ce matériau, ces fluctuations peuvent être expliquées en premier lieu par son degré d'hétérogénéité. La compilation et la normalisation des pressions seuils caractéristiques de l'endommagement irréversible de ce matériau permettent de définir une nouvelle expression de l'enveloppe de rupture de ce carbonate, fonction du coefficient de chemin de chargement K .

Le **Chapitre 5** se présente sous la forme d'un article, présentant une étude prospective sur les apports conjoints de la microtomographie et de la modélisation réseau pour prédire la dépendance en pression des propriétés de transport de roches réservoir, en se basant sur des réseaux de pore à géométrie simplifiée mais représentatifs de la structure des roches, et en y implémentant des lois de compressions locales à l'échelle des pores. Les prévisions des évolutions de perméabilité calculées par ce type d'approche sont comparées aux résultats expérimentaux obtenus sur le grès de Bentheim

et le carbonate d'Estailades. Leur représentabilité ainsi que les améliorations pouvant être apportées à ce type d'approche sont alors discutées.

Les résultats d'essais in-situ d'extensométrie par mesure de champs font l'objet du **Chapitre 6**. L'application de cette technique à nos matériaux d'études permet d'apporter un complément d'information sur l'influence des hétérogénéités de structures sur les mécanismes de déformations. Cette technique permet une approche intégrée et complémentaire à différentes échelles d'observation, les corrélations étant réalisées sur des images acquises lors d'essais sur échantillons macroscopiques, mais également sur échantillons centimétriques sous Microscope Electronique à Balayage.

CHAPITRE 1

Concepts fondamentaux et éléments bibliographiques

La littérature sur la dépendance de la perméabilité d'une roche à la contrainte est très riche et on y trouve notamment un assez grand nombre d'études expérimentales. Ces études portent sur une grande diversité de matériaux géologiques soumis à différents états de contraintes en fonction du champ d'application visé. Les études de réservoir focalisent essentiellement sur des matériaux de type arénite comme les grès ou de type calcarénite comme certains carbonates, pouvant présenter différents degrés de consolidation. Les premières études ont cherché à déterminer des lois de pression effective pour l'évolution de la perméabilité, obtenues par la réalisation d'essais en condition hydrostatique. La prise en considération d'un champ de contrainte déviatorique dans des études ultérieures a constitué une avancée majeure, permettant de reproduire expérimentalement des conditions in-situ de réservoir.

L'objectif de ce chapitre n'est pas de dresser une liste exhaustive de l'ensemble de ces résultats de recherches, mais de présenter les concepts importants et de résumer les études expérimentales permettant de situer notre propre travail dans le contexte général, et sur lesquelles nous nous appuierons dans les chapitres suivants. Après avoir rappelé des notions fondamentales relatives à la perméabilité, quelques modèles permettant de relier cette propriété aux caractéristiques de la roche, seront présentés brièvement. Nous présenterons alors quelques résultats majeurs de travaux expérimentaux, permettant de rendre compte des évolutions de perméabilité sous différents types de sollicitations mécaniques.

SOMMAIRE

1.1. Introduction : Géomécanique et Ingénierie de Réservoir.....	7
1.1.1. Compaction à l'échelle du réservoir	7
1.1.2. Importance d'une approche à différentes échelles d'investigation.....	10
1.2. Notions de perméabilité.....	11
1.2.1. La loi de Darcy	11
1.2.2. Limites de la loi de Darcy	12
1.3. Perméabilité et caractéristiques du milieu poreux	14
1.3.1. Relations porosité/perméabilité	14
1.3.2. Influence de la présence d'argiles	17
1.4. Influence de la pression sur la perméabilité.....	18
1.4.1. Perméabilité et contraintes effectives	18
1.4.2. Perméabilité sous chargement isotrope	20
b) Modèle d'évolution de perméabilité par la fermeture des fissures	21
1.5. Perméabilité et contraintes déviatoriques	22
1.5.1. Évolution de Perméabilité et mode de rupture	23
1.5.2. Importance du chemin de chargement	25
1.6. Anisotropie de perméabilité.....	27
1.7. Synthèse	30

1.1. Introduction : Géomécanique et Ingénierie de Réservoir

1.1.1. Compaction à l'échelle du réservoir

Durant les premières années de l'exploitation d'un gisement, la récupération dite primaire se fait essentiellement par drainage contrôlé. Les mécanismes de cette récupération reposent sur la poussée hydraulique des fluides sous pression dans le réservoir. L'extraction de ces fluides engendre une diminution de la pression de pore, dite déplétion, au sein du réservoir et se traduit alors par une augmentation de la contrainte effective. De par l'extension latérale importante des réservoirs, la contrainte verticale exercée sur ceux-ci tend à augmenter plus rapidement que la contrainte horizontale. Cette modification du champ de contrainte appliqué sur le réservoir cause une compaction de celui-ci. En conséquence, cette compaction induit une déformation de la structure de la roche et de l'espace poreux associé.

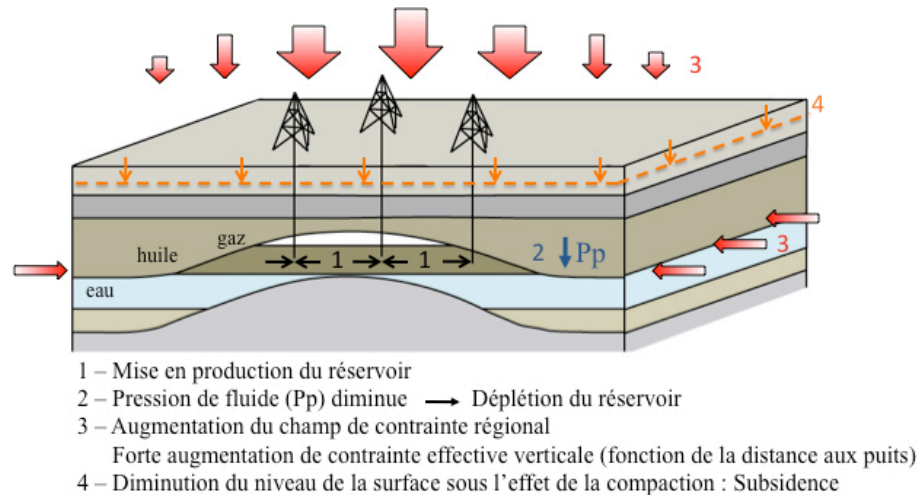


Figure 1.1 : Schéma simplifié d'un réservoir et chronologie des mécanismes mis en place au cours de la production.

Dans le contexte pétrolier actuel, une grande partie de la production est issue de réservoirs peu consolidés généralement localisés à des profondeurs moins importantes. Dans ce cas, l'augmentation de contrainte entraîne une modification de la structure poreuse du matériau. La prédiction de l'ampleur de ces modifications structurales constitue alors un enjeu majeur pour les ingénieurs de réservoir, et ce, afin d'optimiser les taux de récupération et de garantir un meilleur contrôle des cinétiques de production.

Si les déformations affectant la structure de la roche sont limitées et gardent un caractère purement élastique, c'est à dire réversible, la compaction tend à améliorer la production du réservoir. En effet, elle permet une préservation, voire une augmentation de la pression de fluide, et améliore les capacités de production en drainage contrôlé. A titre d'exemple, la production du champ de

Bachaquero, au Venezuela, a été assuré à plus de 50% par ces mécanismes de compaction (Merle et al. 1976).

Cette compaction peut néanmoins s'étendre aux couches sous et sus-jacentes (Segall, 1989) et être à l'origine de phénomènes de subsidence en surface, c'est à dire une baisse du niveau de la surface (voir figure 1.2). L'ampleur de cette subsidence varie fortement suivant les réservoirs exploités. En effet, elle peut être limitée ; par exemple, Maury et Grasso (1990) relèvent des taux de subsidence inférieurs à 6cm sur une durée d'exploitation de 30 ans du champ gazier de Lacq, dans le sud de la France. Au contraire, les taux de subsidence peuvent être très importants, et avoir des conséquences sur les infrastructures d'exploitation, et donc avoir des répercussions économiques, mais également environnementales (Boutéca et al. 1996). Un exemple célèbre est celui du champ d'Ekofisk en mer du Nord, pour lequel des taux de compaction maximum de 42cm/an ont été enregistrés (Sylte et al., 1999) et sont à l'origine d'un enfoncement important des plateformes pétrolières (voir Figure 1.2.c).

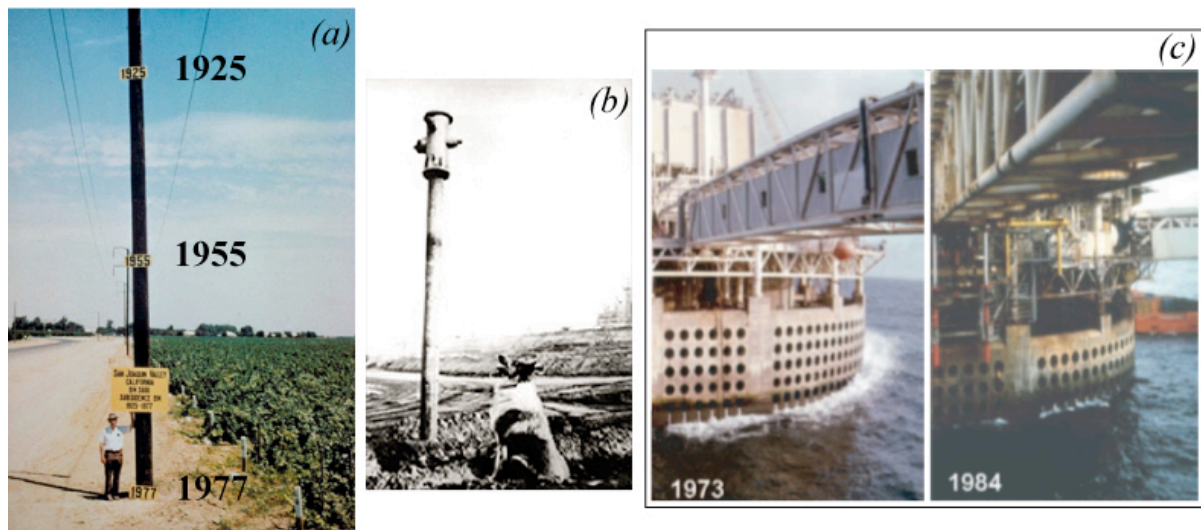


Figure 1.2 : Illustrations des phénomènes de subsidences observables en surface : (a) Photographie d'un poteau sur lequel est reporté le niveau de la surface en 1925 et 1955. Une subsidence d'environ 15m en 50ans induite par l'exploitation d'un aquifère carbonaté à Bakersfield en Californie, est observable (Xu et Nur, 2001). (b) Élévation d'une borne incendie de 4m au dessus de la surface, en raison de la subsidence induite par la production d'un champ de pétrole et de gaz à Long Beach, Californie (source : <http://www.npd.no>). (c) Photographies d'une plateforme pétrolière dans le bassin d'Ekofisk, en Mer du Nord, prises respectivement en 1973 et 1984 (Sulak, 1990).

En termes d'infrastructures, la compaction peut également causer d'importants dommages au niveau des puits. Particulièrement observés dans le cas des réservoirs peu consolidés, les mécanismes de compaction sous l'effet de la déplétion peuvent causer une déformation importante, pouvant conduire à la rupture des casings. Par exemple, près d'un millier de puits du champ de Belridge en Californie ont subi d'importants dommages en raison de la forte compressibilité, liée à une forte porosité, des réservoirs (diatomites) exploités sur ce champ (Fredrich et al., 2000). Da Silva et al. (1990) notent également la rupture de plus de 90 casings induite par une augmentation des contraintes

axiales et radiales appliquées sur les puits, lors de l'exploitation de réservoirs carbonatés de forte porosité, sur un champ de Mer du Nord.

Si la compaction peut être à l'origine d'endommagement des infrastructures, celle-ci peut également avoir un impact important sur la productivité d'un réservoir. En effet, la compaction tend à diminuer sensiblement la porosité de la roche, et par conséquent sa perméabilité (Ostermeier, 2001). Si la contrainte appliquée sur le réservoir devient suffisamment importante, elle peut induire une déformation irréversible de la structure de la roche qui se traduit généralement par une forte diminution de plus ou moins uniforme sa porosité. En effet, l'endommagement du réservoir peut se traduire par la mise en place de structures pouvant, d'une part, limiter les possibilités d'écoulement, telles que les bandes de compaction (Sternlof et al., 2006), ou d'autre part, modifier les chemins d'écoulements à grande échelle, tels que les fractures observées dans certains réservoirs carbonatés de Mer du Nord (Prevost et Chin 1994). Nous redéfinirons plus en détails ces mécanismes d'endommagement dans les sections 1.3. et 1.4.

Récemment, Morton et al. (2006) montrent l'évolution couplée entre taux de subsidence et productivité d'un champ en Louisiane (voir Figure 1.3.). Dans cette région, la subsidence est liée à deux mécanismes ; la production induit d'une part la compaction du réservoir, et d'autre part, la réactivation d'une faille normale en marge des champs producteurs. La conséquence directe de la subsidence est une inondation de la plaine deltaïque dans cette région. Morton et al. (2006) montrent une corrélation étroite, spatiale et temporelle, entre les pertes de surface émergée et les taux de production. La subsidence est en effet maximale au pic de production et tend à diminuer à mesure que la production décline.

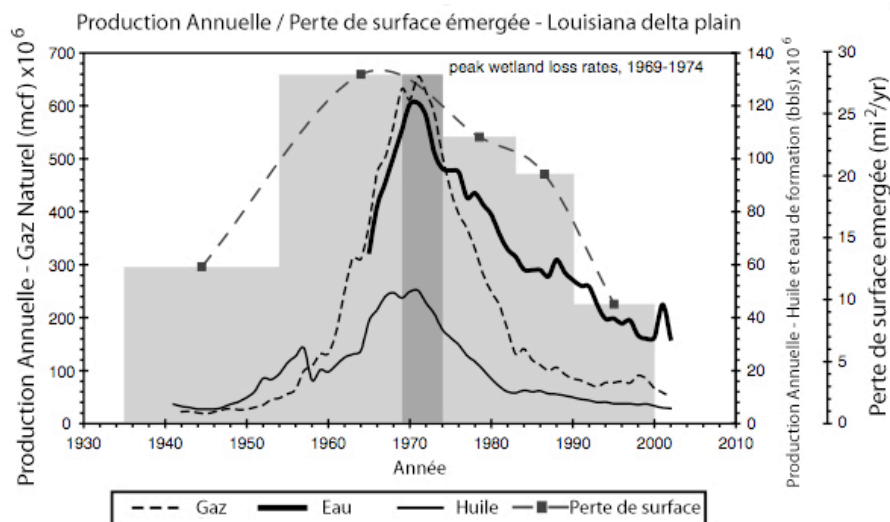


Figure 1.3 : Evolutions couplées de l'inondation d'une plaine deltaïque, liée à la subsidence à l'échelle régionale, et des productions d'hydrocarbures des champs pétroliers avoisinants (d'après Morton et al. 2006)

Une autre grande partie de la production mondiale provient également de réservoirs fortement enfouis dits « Haute Pression / Haute Température ». En raison de leur enfouissement important les

réservoirs HP/HT sont fortement consolidés et donc très résistants. La productivité de ce type de réservoir est en règle générale assurée par un important réseau de fractures. Les déformations enregistrées sur ce type de réservoirs sont faibles, mais peuvent conduire à une très forte accumulation de contraintes. Sous l'effet de la déplétion, les mécanismes les plus importants ne sont plus liés à la compaction mais à la fracturation et la modification de la conductivité hydraulique des fractures. En effet, les déformations tendent à se localiser essentiellement dans les fractures, et en altère la perméabilité. De par la forte accumulation de contrainte, l'endommagement à l'échelle du réservoir peut se traduire par une fracturation intense, qui peut avoir des répercussions importantes sur la productivité, par la modification des chemins préférentiels d'écoulement (Heffer et al., 1994).

1.1.2. Importance d'une approche à différentes échelles d'investigation

Pour les raisons invoquées dans la section précédente, la compréhension et la prise en compte des mécanismes physiques pouvant avoir un impact sur les cinétiques et les taux de production d'un réservoir pétrolier constituent un enjeu majeur en ingénierie de réservoir. David et Le Ravalec-Dupin (2007) montrent l'effort mis en œuvre au cours des dix dernières années afin de développer des simulateurs de réservoir intégrant les modèles géomécaniques. Ces modèles reposent sur la considération du couplage entre la roche et les fluides en place, et tentent de définir les effets de la diminution de pression de pore sur la phase solide, et les effets de la déformation de la phase poreuse associée sur les propriétés d'écoulement. Une approche classique consiste à lier la perméabilité à une variable d'état dépendante des modifications de la contrainte effective mesurable en laboratoire. David et Le Ravalec-Dupin (2007) rendent compte des difficultés liées à la mise en œuvre d'un tel couplage. Celles-ci sont dues aux comportements mécaniques complexes des géomatériaux, mais également à la complexité des interactions entre les propriétés de transport et les modifications de structures d'une roche sous sollicitations mécaniques.

En règle générale, ces interactions sont étudiées en laboratoire, sur des échantillons de roche de taille pluri centimétrique, et ce au moyen de mesures physiques réalisées en cours d'essais de sollicitations mécaniques. Ces mesures fournissent des données pour l'élaboration des lois de comportement macroscopiques. Mais, l'application plus générale de ces lois aux roches réservoir pétroliers en exploitation nécessite aussi une caractérisation fine et une paramétrisation qui puisse rendre compte de l'impact de la microstructure et de son évolution sous chargement mécanique, au cours du temps, sur les propriétés d'écoulement macroscopiques. Ce passage « micro – macro » a aussi pour but d'établir des lois de comportement macroscopique, mais qui soient basées sur les mécanismes microphysiques réellement mis en jeu à l'échelle pertinente de la structure du matériau. Ces lois, dites relations constitutives, permettent d'extrapoler le comportement caractérisé en laboratoire, dans des conditions particulières, et sur un nombre d'échantillons caractéristiques restreint, aux roches réservoir en cours de production en général.

Notre travail se situe précisément dans cette perspective multi échelles et se base sur les approches ‘micro–macro’, afin d’apporter une interprétation unifiée des différentes observations expérimentales réalisées au cours de ce travail, mais aussi en tenant compte de celles déjà rapportées dans la littérature, dont nous faisons une présentation succincte dans la suite de ce chapitre.

1.2. Notions de perméabilité

La facilité avec laquelle un fluide va pouvoir s’écouler au sein d’un milieu poreux dépend de sa viscosité d’une part et de la perméabilité du milieu d’autre part. Ce paramètre est généralement déterminé par des essais en laboratoire. On introduit ainsi le concept de mobilité qui n’est autre que le rapport entre la perméabilité du matériau considéré et la viscosité du fluide interstitiel.

1.2.1. La loi de Darcy

Darcy utilise un dispositif de mesure d’écoulement unidirectionnel dans une colonne de sable homogène (figure 1.4). Il montre que le débit du fluide à travers cette colonne est proportionnel au gradient de pression entre les extrémités de la colonne de sable. En faisant varier les propriétés du fluide percolant et en modifiant la géométrie du dispositif, c’est à dire la section S , ΔH la distance entre les points d’injection du fluide et l’épaisseur de sable Δx , on aboutit à la loi d’écoulement suivante :

$$Q = -\frac{Sk\rho g}{\mu} \left(\frac{\Delta H}{\Delta x} \right). \quad (1.1)$$

Cette relation relie le débit Q et les paramètres :

S , ΔH et Δx ne dépendant que de la géométrie du dispositif.

ρg et μ , fonction du type de fluide utilisé, définissant son poids volumique et sa viscosité dynamique.

Le facteur de proportionnalité k représente la perméabilité intrinsèque du milieu poreux.

En définissant la vitesse de Darcy v_D et en notant le différentiel de pression ΔP_p entre les extrémités du système, la relation (1.1) peut également s’écrire sous la forme :

$$v_D = \frac{Q}{S} = -\frac{k}{\mu} \left(\frac{\Delta P_p}{\Delta x} \right). \quad (1.2)$$

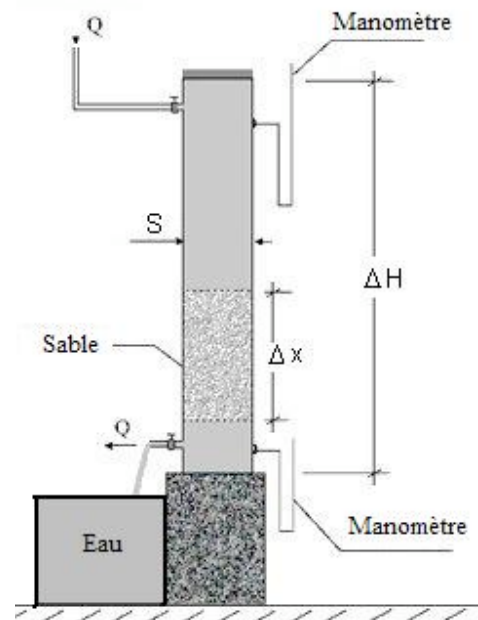


Figure 1.4: Schéma de l'expérience de Darcy

La perméabilité k est homogène à une surface, et s'exprime donc en m^2 . Toutefois, en raison des valeurs très faibles rencontrées sur des échantillons naturels, il est plus commun de travailler en Darcy ($1D = 0.987 \cdot 10^{-12} m^2$), voire en milliDarcy ($1mD = 0.987 \cdot 10^{-15} m^2$). La détermination de la perméabilité en laboratoire repose sur différents modes opératoires, l'un d'entre eux étant l'application d'un écoulement à travers l'échantillon et l'enregistrement de la perte de charge associée.

1.2.2. Limites de la loi de Darcy

La simplicité de la relation (1.2) repose sur un certain nombre de conditions d'écoulement :

- La matrice solide doit être homogène et isotrope. Cette condition est rarement vérifiée dans le cas des matériaux poreux naturels. La phase solide montre généralement une variabilité spatiale et son organisation peut être fortement hétérogène. L'écoulement peut aussi être facilitée dans une direction donnée, suggérant alors une anisotropie structurale. Dans ce cas, la perméabilité ne peut plus être exprimée sous la forme d'un scalaire, mais prend la forme d'un tenseur symétrique de deuxième ordre ; la relation (1.2) s'exprime alors :

$$\underline{v}_D = \frac{1}{\mu} \underline{k} \cdot \underline{grad} P_p, \quad (1.3)$$

où \underline{v}_D est le vecteur d'écoulement.

- Le fluide doit être homogène et incompressible. Cette condition, bien que respectée lors de l'utilisation d'une phase liquide impose un certain nombre de corrections lorsque l'on utilise un gaz. Un effet mis en jeu en présence d'un gaz est le glissement moléculaire. Contrairement aux liquides, un gaz adhère moins aux parois solides du milieu poreux, et par conséquent le profil de vitesse est fortement modifié. Klinkenberg (1941) introduit un nouveau paramètre α_k (coefficient de Klinkenberg) et propose une loi permettant de relier la perméabilité apparente mesurée k_{mes} à la perméabilité vraie du milieu k :

$$k_{mes} = k \left(1 + \frac{\alpha_k}{\langle P_p \rangle} \right), \quad (1.4)$$

où $\langle P_p \rangle$ est la moyenne arithmétique des pressions d'entrée et de sortie, et α_k dépend des dimensions des pores et du gaz utilisé (Iffly, 1956)

- Il ne doit pas y avoir de réaction entre le fluide et la matrice solide. Cette condition est généralement vérifiée en utilisant un fluide non réactif, ou en injectant des gaz rares à travers l'échantillon.

- La condition d'application de la loi de Darcy la plus restrictive repose sur la considération d'un flux laminaire, où les mouvements du fluide sont dominés par les forces visqueuses. Cela est vérifié lorsque le débit du fluide est faible et que les lignes de champ de l'écoulement restent parallèles. Lorsque la vitesse du fluide augmente, le flux devient turbulent, et les forces d'inertie sont dominantes ; la loi de Darcy n'est alors plus applicable. Le nombre de Reynolds, qui quantifie le rapport entre les forces d'inertie et les forces visqueuses, est utilisé comme critère pour distinguer les régimes laminaire, turbulent et transitoire. Bear (1972) montre que la loi de Darcy est valide pour un nombre de Reynolds compris entre 1 et 10 (voir Figure 1.5.a).

La figure 1.5.b. présente les résultats d'une modélisation aux éléments finis d'un écoulement de fluide autour d'une inclusion solide, dans un capillaire droit, pour chacun des régimes. Dans le cas laminaire, on voit que les lignes d'écoulement restent parallèles au passage de l'inclusion. Dans le régime laminaire non linéaire, le flux et le champ de pression restent homogènes dans le capillaire, mais on note la formation de deux zones de convection en aval de l'inclusion. Enfin, en régime turbulent, on voit clairement que la présence de l'inclusion génère une forte perturbation du champ de pression.

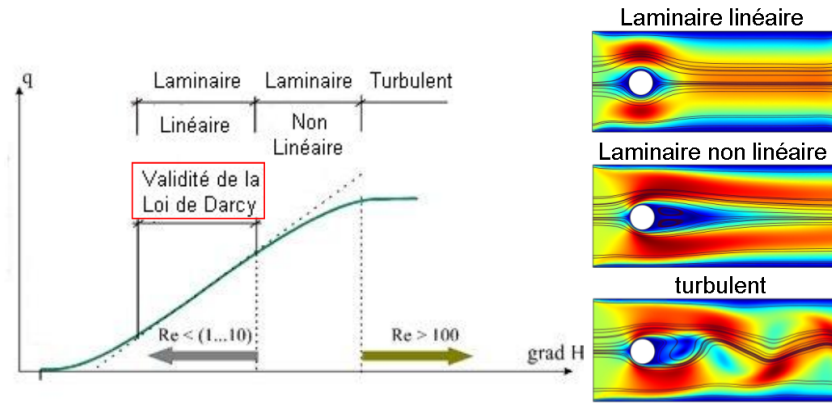


Figure 1.5 : (a) Régimes d'écoulements et limites de validité de la loi de Darcy (Bear, 1982) et (b) modélisation en éléments finis, réalisée sous Comsol Multiphysics, des différents régimes d'écoulement pour une inclusion sphérique dans un capillaire droit

Cette dernière condition conduit à une généralisation de la loi de Darcy s'écrivant sous la forme :

$$v_D = -\frac{k}{\mu} \left(\frac{\Delta P_p}{\Delta x} \right)^m. \quad (1.5)$$

Lorsque l'exposant $m=1$, la loi (1.5) est linéaire et l'on se trouve dans le cas d'un écoulement laminaire. Au regard de la figure 1.5., le rapport k/μ n'est autre que la pente de la droite définie dans l'intervalle de validité de la loi de Darcy. Lorsque l'exposant est différent de 1 et le nombre de Reynolds devient très grand, le régime est turbulent et la loi de Darcy n'est plus applicable. Dans le cas des roches très peu perméables à matrice minérale très fine et à faible gradient hydraulique, l'écoulement peut être dominé par les forces d'adsorption. Dans ce cas, l'écoulement est quasi nul et la loi d'écoulement n'est plus linéaire.

1.3. Perméabilité et caractéristiques du milieu poreux

1.3.1. Relations porosité/perméabilité

a) Modèles élémentaires

En ingénierie pétrolière, l'un des paramètres auquel on pense associer la perméabilité est la porosité, car elle constitue une caractéristique du milieu poreux déduite facilement des mesures diagraphiques sur champs. La porosité correspond au rapport entre le volume des vides et le volume total de la roche. En effet, la perméabilité est fonction de la densité, de la taille caractéristique des pores mais également de la connectivité entre les pores. L'une des premières formulations disponibles dans la littérature est énoncée dans le cas d'un milieu poreux très simplifié, représenté par des capillaires droits de rayon R_c et de porosité φ . A partir de la formulation de Poiseuille, la perméabilité peut alors s'exprimer comme :

$$k = \frac{\varphi R_c^2}{8}. \quad (1.6)$$

Cette expression peut prendre plusieurs formes par l'introduction de nouvelles quantités telles que le rayon hydraulique R_h , défini comme le rapport entre volume des pores V_p et leur surface S_p , ou la surface spécifique S_s , définie comme la surface S_p par unité de volume :

$$k = \frac{R_h^2 \varphi}{2} \quad \text{et} \quad k = \frac{\varphi^3}{2S_s^2}. \quad (1.7) \text{ et } (1.8)$$

L'approche empirique la plus couramment utilisée et de laquelle dérive un certain nombre de méthodes d'estimation de la perméabilité, à partir des caractérisations du milieu poreux est celle de Kozeny-Carman (Carman, 1956). Elle s'écrit sous la forme (De Marsily, 1994):

$$k = \frac{C_{KC}}{S_s^2} \frac{\varphi^3}{(1 - \varphi^2)}. \quad (1.9)$$

La constante C_{KC} est fonction de la géométrie du milieu poreux. Elle dépend d'un facteur caractérisant la forme des pores et du coefficient de tortuosité τ , défini par le rapport entre la distance effective parcourue par le fluide et la longueur de l'échantillon.

b) Amélioration de ces modèles

L'approche de Kozeny-Carman est encore largement utilisée dans le domaine pétrolier pour évaluer la perméabilité d'une couche, et de nombreuses études ont visé à améliorer cette relation empirique.

En suivant une approche différente et en réduisant le réseau poreux à un seul capillaire tortueux équivalent, Walsh et Brace (1984) proposent une nouvelle relation empirique en introduisant explicitement le facteur de tortuosité τ :

$$k = \frac{\varphi^3}{a_f \tau^2 S_s^2} . \quad (1.10)$$

Le coefficient a_f est un facteur de forme de la porosité qui peut être considéré comme constant et proche de 2,5.

Chillingar (1964) a compilé un grand nombre de données issues de la littérature sur un grand nombre d'échantillons et vérifie globalement l'existence d'une relation empirique exponentielle entre perméabilité et porosité (cf. figure 1.6.).

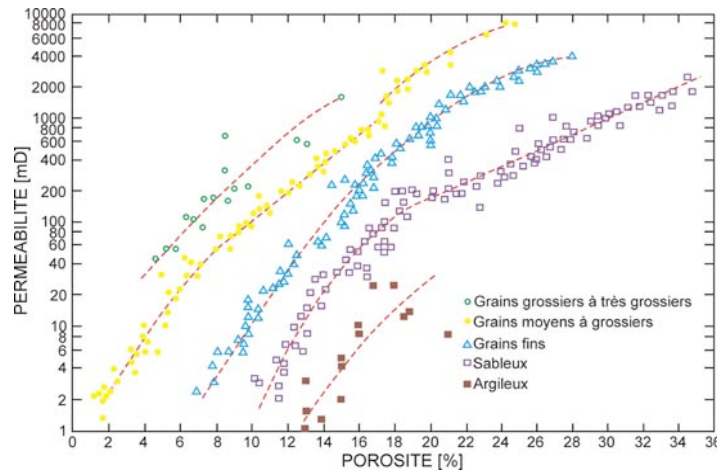


Figure 1.6 : Évolution des perméabilités en fonction de la porosité pour des échantillons naturels (d'après Chillingar, 1964)

L'une des dernières en date est proposée par Cerepi et al. (2002), qui introduit des exposants ajustables dans la formulation originelle :

$$\log k = a \log C_{KC} + b \log \varphi + c \log S_s + d \log (1 - \varphi) . \quad (1.11)$$

Ces auteurs ont montré qu'une fois les coefficients calés sur des résultats expérimentaux, cette formulation donne une meilleure approximation de la perméabilité pour les roches de faible perméabilité.

Ces différents modèles donnent une première approximation de l'ordre de grandeur de la perméabilité, mais ces relations ne prennent pas en compte la totalité des facteurs intervenant dans cette dépendance. Ainsi, Scheidegger (1963) énonçait qu'il est "évident qu'aucune relation simple ne puisse exister entre porosité et perméabilité"; en effet, la perméabilité n'est pas directement déterminée par la porosité, mais plutôt par les structures caractéristiques de cette porosité (distribution spatiale et connectivité) (Guéguen et Palciauskas, 1992).

c) Modèle Grain Pore Throat (GPT)

A l'échelle du pore deux structures peuvent être distinguées : de 'larges' cavités qui constituent l'essentiel de la porosité sont interconnectées par des seuils beaucoup plus étroits. Ces seuils de pores sont le lieu de pertes de charges les plus importantes et leur taille va donc contrôler la perméabilité (figure 1.7).

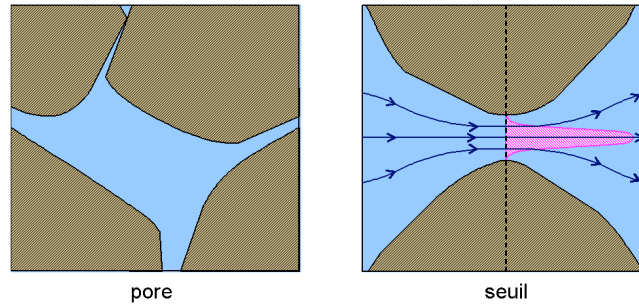


Figure 1.7 : Structures observables à l'échelle de la microstructure, le pore et le seuil, lieu d'étranglement des profils de vitesse.

Pour obtenir une estimation plus réaliste des propriétés de transport d'une roche, Chauveteau (2002) propose un modèle (Grain Pore Throat, GPT) permettant de dériver des équations analytiques à partir d'une représentation simple du milieu poreux. Il prend en compte la géométrie des pores et des seuils de pores, et il suppose que leur densité est statistiquement égale au nombre de grains. Partant de l'hypothèse selon laquelle la porosité est liée à la surface spécifique des pores, par l'introduction d'un exposant ν lié à la géométrie du réseau poreux, il définit cette première relation :

$$S_s \propto \varphi^\nu . \quad (1.12)$$

En supposant que la diminution de porosité d'une roche sédimentaire résulte d'un dépôt de matière uniforme sur l'ensemble de la surface des grains, il définit la porosité résiduelle φ_p comme la porosité occluse lorsque tous les seuils de pores sont fermés. Il dérive l'expression de perméabilité suivante :

$$k \propto \left(\varphi^{1-\nu} - \varphi_r^{1-\nu} \right)^4 . \quad (1.13)$$

La figure 1.8. présente une compilation de données de perméabilité acquises sur des grès de Fontainebleau. On peut constater que le modèle GPT rend mieux compte des résultats expérimentaux que la loi de Kozeny-Carman pour les porosités inférieures à 10%.

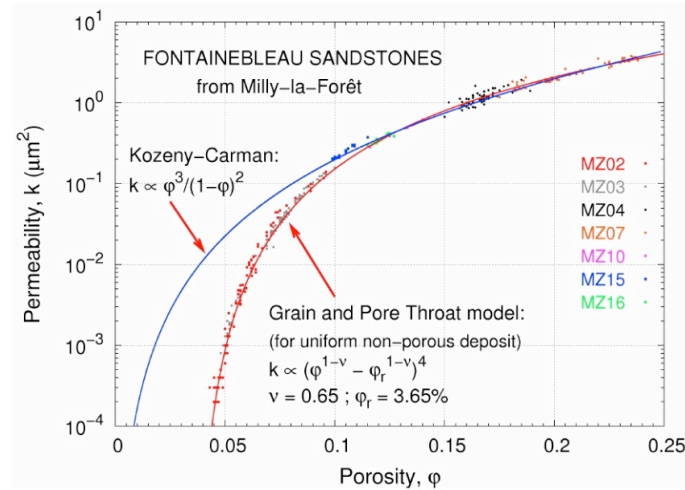


Figure 1.8 : Synthèse de résultats expérimentaux sur un grès de Fontainebleau et confrontation des modèles de Kozeny-Carman et du modèle GPT.

1.3.2. Influence de la présence d'argiles

De nombreuses études rendent compte de l'altération de la perméabilité due à la présence et la détérioration des argiles. En raison de la complexité des assemblages argileux, un grand nombre d'interactions sont possibles entre les fluides interstitiels et la matrice argileuse. Le premier effet notable est le gonflement des argiles telles que la montmorillonite. L'étude la plus célèbre dans ce domaine est celle de Moore et al. (1982) qui montre que la perméabilité d'échantillons gréseux peut être diminuée de façon importante par le gonflement de telles argiles. Ces auteurs montrent que l'utilisation d'une solution de forte salinité peut permettre de stabiliser ces argiles.

Khilar et Fogler (1983) mettent en évidence la mise en circulation de particules fines par défloculation des argiles en faisant varier la salinité du fluide de pore et le sens de l'écoulement. Ils confirment les résultats de Moore et al. (1982) en observant que les perméabilités restent stables pour de fortes salinités, tandis que pour des solutions faiblement concentrées, les seuils de pore sont obstrués par ces particules fines.

McLathie et al. (1957) comparent les évolutions de perméabilité sous contraintes d'échantillons présentant des concentrations en argile variables. Ils montrent que la diminution de perméabilité est beaucoup plus importante pour des échantillons contenant des argiles (voir figure 1.9.). Ils mettent

également en évidence la non réversibilité de la perméabilité après déchargement, due à la déformation plastique des argiles contenues dans l'espace poreux.

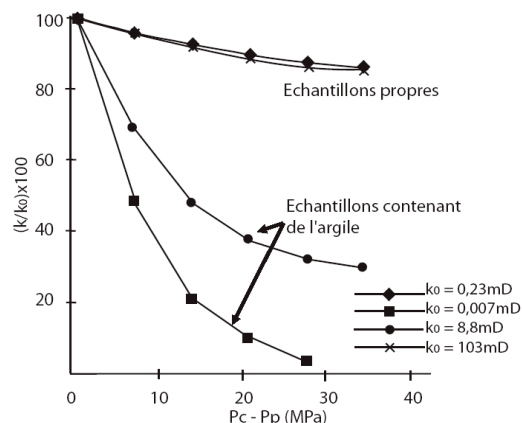


Figure 1.9 : Effet de la présence d'argiles sur les évolutions de perméabilité normalisée en fonction de la contrainte effective (d'après Mc Latchie et al., 1957).

1.4. Influence de la pression sur la perméabilité

La compréhension des phénomènes qui régissent les évolutions de propriétés de transport au sein d'une roche poreuse sous sollicitation mécanique constitue un enjeu majeur dans de nombreux domaines de recherche, que ce soit, en Ingénierie de Réservoir, en hydrologie, ou plus récemment pour répondre aux problématiques de stockage profond de déchets. Ainsi, on trouve un très grand nombre d'études expérimentales et théoriques dans la littérature. De manière générale, la perméabilité diminue sous l'effet de la compaction (Wilhemi et Somerton, 1967; Brace et al. 1968; Zoback et Byerlee 1975; Le Guen 1991; David et al. 1994), mais elle peut également augmenter sous l'effet de l'endommagement mécanique (Rhett et Teufel 1992a; Zhu et al. 1997). Une revue bibliographique des études de laboratoire est proposée par Heiland (2003). Nous dressons dans cette section une compilation des principaux résultats expérimentaux.

1.4.1. Perméabilité et contraintes effectives

De même que la pression de confinement, la pression de pore a pour effet de déformer la matrice minérale. En revanche, s'agissant d'une pression interne, l'application d'une pression de pore entraîne une dilatation de la porosité. La pression de pore et la pression de confinement agissent de façon antagoniste sur les déformations du réseau poreux et par conséquent sur les propriétés hydrauliques. Pour des roches saturées, la contrainte moyenne à considérer est la contrainte effective σ' définie comme :

$$\sigma' = \sigma - bP_p . \quad (1.14)$$

Dans cette relation, σ est la contrainte moyenne totale égale à la trace du tenseur des contraintes, P_p est la pression de fluide interstitiel et b est le coefficient de Biot, compris entre 0 et 1.

De nombreux résultats expérimentaux (Zoback et Byerlee, 1975; Warpinsky et Teufel, 1992,...) montrent que le coefficient de Biot est fonction du type de matériaux étudiés, qu'il peut varier selon le domaine de pression investigué et qu'il tend à diminuer puis à se stabiliser lorsque l'on effectue des cycles successifs de charge-décharge de l'échantillon. La diminution du coefficient de Biot est attribuée aux fermetures des fissures dans l'échantillon. Ceci a pour effet d'augmenter fortement l'influence de la pression de pore. Le coefficient de Biot est défini par la relation :

$$b = 1 - \frac{K_d}{K_s} , \quad (1.15)$$

où K_d et K_s sont respectivement le module d'incompressibilité du matériau en régime drainé et le module d'incompressibilité de la phase solide. Le cas $b = 1$ se rencontre lorsque la matrice solide est considérée comme indéformable sous l'effet de la pression externe. L'autre cas extrême où le coefficient b est quasi nul peut être rencontré lorsque le matériau est très compact, comme certaines quartzites, les marbres, et certains calcaires très cimentés ou bien encore les argilites de couverture très compactes. Dans le cas des grès, David et Darot (1989) montrent que le coefficient b est de l'ordre de 0,6. De plus pour des grès de faibles perméabilités, Walls et al. (1982) montrent que l'influence de la pression de pore sur la perméabilité est plus forte que celle de la pression de confinement.

Néanmoins, la contrainte effective de Biot contrôle la réponse mécanique (déformation), mais pas nécessairement la perméabilité. En effet, Bernabé (1986) montre clairement que le coefficient de contrainte effective pour la perméabilité est différent de celui de Biot. David et Darot (1989) observent des différences de comportement des perméabilités d'un grès de Fontainebleau, selon que l'on considère une évolution avec la pression de pore ou avec la pression de confinement. En traçant les isoperméabilités dans un repère (P_c, P_p) , ils observent des droites parallèles de pente b . Ils montrent alors que la perméabilité est contrôlée par une loi de type pression effective, en exprimant cette pression effective sous la forme :

$$P' = P_c - \beta P_p . \quad (1.16)$$

où β est le coefficient de contrainte effective et quantifie l'influence de la pression de pore sur la perméabilité.

Le coefficient de contrainte effective dépend du type de roche et peut être supérieur à 1, en règle générale lorsque la roche contient une fraction importante d'argiles. A titre d'exemple, Walls (1981 ; cité par Ghabezloo et al. (2009)) reporte une large fluctuation de ce coefficient entre 1,2 pour des grès

‘propres’ et 7,1 pour des grès contenant 20% d’argiles. Dans ce cas, ces résultats montrent que la perméabilité est plus sensible à la variation de pression de pore qu’à la variation des contraintes externes.

1.4.2. Perméabilité sous chargement isotrope

a) Interprétation des données expérimentales

L'une des premières études est celle de Brace et al. (1968) qui ont mesuré les évolutions de perméabilité du granite de Westerly sous l'effet d'une augmentation de pression de confinement. Le résultat majeur de cette étude, et qui donna lieu à nombres d'observations similaires, est une diminution de la perméabilité à mesure que l'on augmente la pression de confinement. Cette diminution est la conséquence d'une déformation de la microstructure du réseau poreux, se traduisant, pour ce matériau, par la fermeture des microfissures qui contrôlent les propriétés de transport. La modification du réseau poreux tridimensionnel peut par ailleurs modifier la connectivité et modifier les trajets d'écoulement dans la roche.

Une étude préliminaire de Fatt et Davis (1952) sur des échantillons de grès soumis à une contrainte hydrostatique montre une évolution en deux temps de la perméabilité. Ils observent tout d'abord une diminution rapide et non linéaire de la perméabilité, puis une stabilisation du taux diminution vers une évolution linéaire.

Plus tard, David et al (1994) décrivent trois mécanismes à l'origine des trois régimes d'évolutions de perméabilité observés (voir figure 1.10):

- lors les premiers incréments de pression, la fermeture des fissures entraîne une forte chute de perméabilité dans le cas des roches cristallines et plus généralement des roches de faible porosité ;
- ensuite, la variation de perméabilité est liée à la déformation élastique du réseau poreux ;
- enfin, la variation de perméabilité résulte des déformations irréversibles de la structure poreuse lorsque la pression de confinement devient suffisamment élevée. Cette phase est généralement précédée d'un régime de déformation inélastique, durant lequel la baisse de perméabilité tend à s'accélérer.

En incluant la phase de fermeture des microfissures ainsi que celle de fermeture élastique des pores, Keaney et al. (1998) montrent que la quantité de fluide stockée dans le volume poreux est affectée, mais dans une moindre mesure que la perméabilité. Alors que la première diminue d'un facteur 2, la seconde diminue d'environ un facteur 10. Ces mesures tendent à confirmer l'hypothèse de la fermeture des microfissures, qui ne représentent qu'une faible fraction du volume poreux total. Elles constituent toutefois les microstructures influençant le plus fortement la valeur de perméabilité.

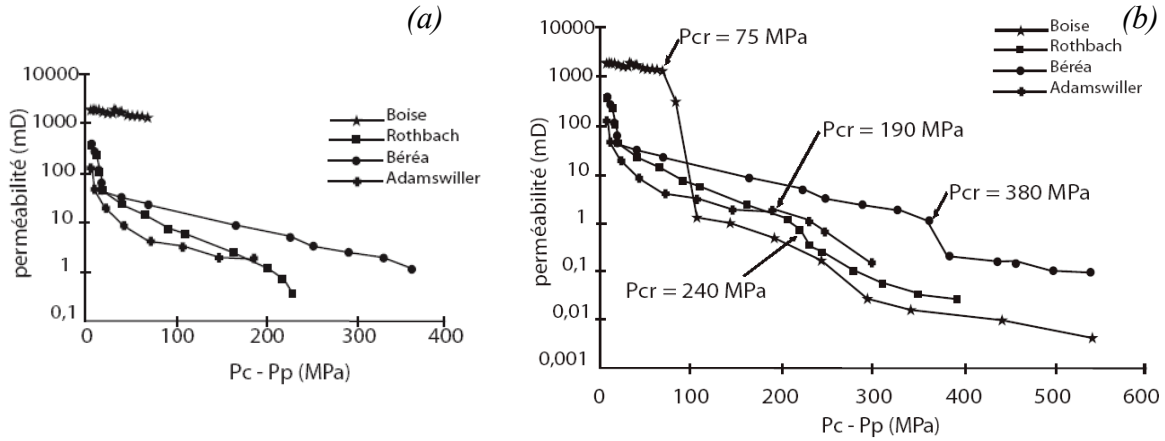


Figure 1.10 : Évolution des perméabilités de quatre grès en fonction de la pression de confinement, dans le domaine de déformation élastique uniquement (a) et pour l'intégralité du chargement incluant le domaine de déformation plastique (b) (d'après David et al., 1994).

b) Modèle d'évolution de perméabilité par la fermeture des fissures

Walsh (1981) propose une loi d'évolution de la perméabilité liée à la fermeture des fissures. Dans ce modèle mécanique simplifié, les effets de tortuosité engendrés par l'augmentation des surfaces de contact sur la fracture au cours du chargement sont négligés. Sur la base d'un grand nombre de données expérimentales sur des roches fissurées, il propose la relation suivante,

$$k = k_{P_0} \cdot \left[1 - \frac{2\sqrt{2}h}{w_0} \ln \left(\frac{P}{P_0} \right)_{P_{eff}} \right]^3, \quad (1.17)$$

où la population des fractures est caractérisée par w_0 leur largeur initiale et h l'écart type de la distribution de hauteurs des aspérités. Le rapport P/P_0 est la pression appliquée normalisée par la pression initiale, et k_{P_0} est la perméabilité initiale.

c) Modèle d'évolution de la perméabilité par déformation élastique des pores

David et al. (1994) montrent l'existence d'une relation linéaire entre la perméabilité et la contrainte effective (dans un diagramme semi logarithmique) après la phase de fermeture des fissures. Ils déduisent une loi empirique d'évolution de la perméabilité, par l'introduction d'un paramètre de sensibilité à la pression γ :

$$k = k_{P_0} \cdot \exp[-\gamma(P' - P_0)], \quad (1.18)$$

où k est la perméabilité à la pression effective P' et k_{P_0} est la perméabilité initiale à P_0 .

Notons que dans cet article, les auteurs définissent la pression effective sans introduire le coefficient de Biot. Ces auteurs compilent les différentes valeurs du paramètre γ pour un grand nombre de types de roches. Les valeurs de γ sont comprises entre $6,62 \cdot 10^{-3} \text{ MPa}^{-1}$ dans le cas du grès

de Boise et $18,1 \cdot 10^{-3} \text{ MPa}^{-1}$ pour le grès de Rothbach (voir figure 1.10.a). Ils constatent que les roches les plus poreuses présentent un coefficient γ plus faible, c'est à dire que leur perméabilité est moins sensible à la pression.

d) Perméabilité et déformation irréversibles des pores

Zhang et al. (1990) montrent l'existence d'une pression critique P_{cr} ou P^* , au delà de laquelle on enregistre un effondrement de la porosité de manière irréversible. Les auteurs proposent un modèle où la pression critique d'effondrement des pores est inversement proportionnelle à une puissance de la porosité. Ceci s'explique par une plus faible densité de contacts entre grains et par conséquent, lors d'un chargement, une concentration des contraintes au niveau des contacts, ce qui favorise la fissuration intragranulaire et donc le phénomène de 'pore collapse' ou effondrement de la porosité. Dans le cas de notre étude, nous reviendrons plus en détail sur ce modèle dans le chapitre 4.

Dans l'étude de David et al. (1994), le phénomène d'effondrement des pores est particulièrement bien marqué pour le grès de Boise. Ce grès de forte porosité montre une faible évolution de la perméabilité dans le régime pseudo-élastique, mais celle-ci chute soudainement à la pression critique. Les autres grès, qui ont subi une diminution plus importante de perméabilité dans le domaine élastique, montrent à contrario une diminution plus faible au delà de la pression critique. Cette observation est en accord avec les résultats préliminaires de Holt (1990) obtenus sur le grès de Red Wildmoor (25% de porosité), montrant une plus forte dépendance à la pression hydrostatique des échantillons initialement les moins perméables.

1.5. Perméabilité et contraintes déviatoriques

Bien qu'expérimentalement plus simples à réaliser, les essais en chargement hydrostatiques ne représentent pas de façon réaliste les états de contraintes subies par un réservoir. En effet, lors de la mise en production d'un réservoir, la pression de fluide va diminuer. Cette diminution de pression de pore a pour effet d'augmenter la pression effective. En raison de l'étendue des couches dans la direction horizontale, on admet que l'augmentation de contrainte effective se traduit essentiellement par une augmentation de la contrainte effective verticale. On parle alors de compaction oedométrique. Il est donc important de considérer des essais sous chargement déviatorique. Nous présentons dans cette section, les principaux résultats disponibles dans la littérature et nous différencions les essais réalisés en condition de chargement triaxiale, qui sont les plus communs, et les essais en condition de chargement à rampe proportionnelle, plus adaptés aux études de réservoir.

1.5.1. Évolution de Perméabilité et mode de rupture

Dans le domaine élastique, les observations faites pour les chargements isotropes sont également valables pour les chargements déviatoriques : on constate également de faibles diminutions de perméabilité liées à la compaction élastique des pores. Pour des niveaux de chargement plus importants, deux régimes sont identifiés (Wong et al. 1997) :

- le régime fragile, pour lequel l'endommagement est localisé et se traduit par la rupture fragile de l'échantillon. Celle-ci est précédée d'une dilatation plus ou moins importante.
- le régime cataclastique, mettant en œuvre des mécanismes de déformation ductile à plus forte contrainte effective. L'endommagement s'exprime alors différemment, de façon plus ou moins localisée, en fonction de la nature de la roche, de sa porosité initiale et du type de chargement réalisé. A forte contrainte effective, l'endommagement est diffus et se traduit par la mise en place des mécanismes d'effondrement de la porosité, décrit par Zhang et al. (1990). A plus faible contrainte effective et plus fort déviateur, celui-ci peut se traduire par la localisation selon des bandes de compaction (Olsson 1999, Klein et al. 2001, Fortin et al. 2006).

a) Régime fragile

Pour des échantillons soumis à des pressions de confinement faible (inférieures à 20MPa), Wong et al. (1997) observent d'abord, une augmentation linéaire de la contrainte effective en fonction de la déformation volumique. Après avoir atteint un pic, la contrainte décroît brutalement et fortement pour se stabiliser à un palier. On parle alors de rupture fragile. Une observation des microstructures créées lors de ce régime montre l'existence de bandes de cisaillement (Bésuelle et al., 2000 ; David et al., 2001 ; Sulem et Ouffroukh, 2006a). A l'approche du maximum de contrainte caractéristique de la rupture, les auteurs montrent une augmentation de la porosité liée à une phase de dilatance de la roche. Ce type de mécanisme peut être mis en évidence par l'enregistrement de l'activité acoustique lors du chargement (Pissarenko et Gland, 2001; Fortin et al., 2005). Au voisinage du pic, l'augmentation de l'intensité des émissions acoustiques traduit la libération d'énergie liée à la microfracturation lors de la phase de dilatance.

Cette augmentation de la porosité avant la rupture a un impact important sur les évolutions de perméabilité, elle peut s'accompagner d'une augmentation de la perméabilité comme cela est observé dans le cas de grès de faible porosité. A titre d'exemple, ce type d'évolution est reporté pour les grès de Flechtinger, de porosité inférieure à 10% et illustré par la figure 1.11.b (Heiland et Raab, 2001) et sur le grès de Tennessee de porosité moindre compris entre [4,5-7,5]% (Keaney et al., 1998) et sur les roches cristallines tel que le granite de Westerley (Zoback et Byerlee, 1975).

Inversement, Zhu et Wong (1997) montrent une diminution de la perméabilité dans le régime fragile, pour des grès plus poreux (voir figure 1.11.a). Ils interprètent cette diminution comme le résultat de la fracturation granulaire qui augmente la tortuosité du réseau poreux. Une autre

interprétation de ce comportement lors de la dilatance est avancée par Boutéca et al. (2000) ; ces auteurs expliquent que la fissuration intergranulaire facilite les mouvements de grains et à pour effet une augmentation de la tortuosité et une réduction de la section des pores.

Dans le cas de grès moins poreux, Zhu et Wong (1997) montrent également une augmentation de la perméabilité avec le chargement. Dans ce cas, la fissuration a pour effet d'augmenter la connectivité du réseau poreux et facilite donc la circulation de fluide.

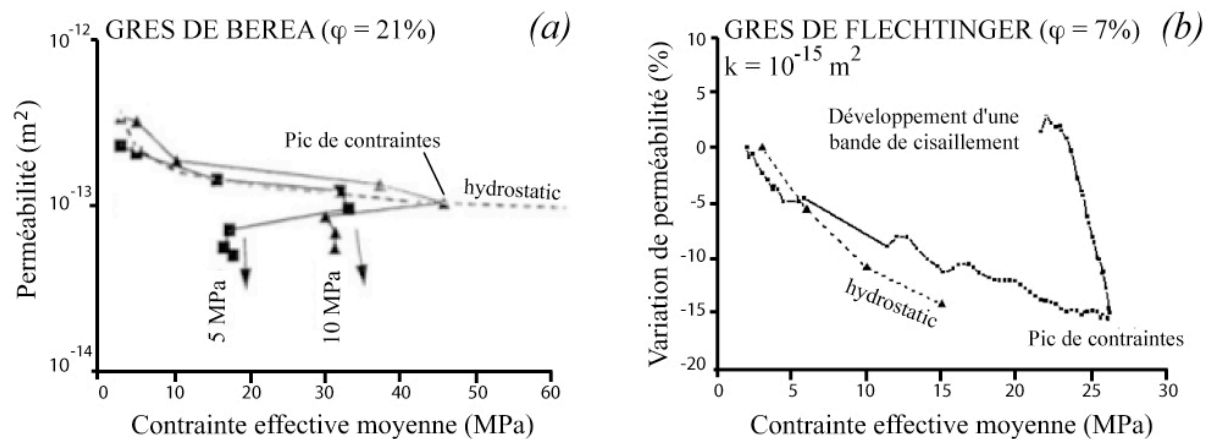


Figure 1.11 : Exemples d'évolutions de la perméabilité en régime de déformation fragile : (a) la rupture induit une diminution de la perméabilité du grès de Béréa (d'après Zhu et Wong, 1997), (b) la rupture induit une augmentation de la perméabilité du grès de Flechtinger (d'après Heiland et Raab, 2001)

Les évolutions de perméabilité dans le régime fragile sont donc complexes, et peuvent être interprétées très différemment. Boutéca et al. (2000) proposent que cette évolution de perméabilité dépend essentiellement du chemin de contrainte ; ils postulent une relation linéaire, empirique reliant

la variation de perméabilité $\frac{\partial k}{\partial q}$ et l'état de contrainte $\frac{\partial P'}{\partial q}$ avec k la perméabilité, q la contrainte

déviatorique et P' la contrainte moyenne effective.

b) Régimes compactant cisailant et cataclastique

Pour des échantillons soumis à des pressions de confinement plus importantes (supérieures à 60 MPa), Wong et al. (1997) observent un écroutissage progressif apparaissant après le domaine de déformation élastique. Il n'y a pas de rupture proprement dite, car aucun maximum de contraintes n'est atteint. Ce régime dit cataclastique ne montre pas de bandes de cisaillement, mais plutôt un effondrement de la porosité liée à une fissuration intragranulaire. En réponse à cette forte diminution de porosité, la perméabilité décroît brutalement à la pression seuil d'effondrement des pores (Zhu et Wong, 1997).

Dans le cas de grès fortement poreux, la compaction peut être localisée au sein de bandes se propageant plus ou moins orthogonalement à la direction d'application de la charge axiale. Le développement de ce type de mécanismes a été observé sur des grès de porosité comprise entre 13 et 28% (Olsson et Holcomb, 2000, Klein et al. 2001, Fortin et al. 2006). A partir d'observations de la microstructure réalisées sur le grès de Bleurswiller (porosité de 25%), Fortin et al. (2005) montrent une très forte diminution de la porosité au sein de ces bandes, en raison d'une intense microfissuration intragranulaire. En conséquence, les auteurs observent également une diminution importante de perméabilité mesurée dans la direction transverse à ces bandes qui agissent comme des barrières à l'écoulement. Dans ces zones compactées, la perméabilité déduite d'informations microstructurales, peut montrer une diminution de 2 ordres de grandeur (Holcomb et Olsson, 2003). L'analyse post-mortem d'échantillons de Grès de Rotbach, réalisée par Louis et al. (2007) suggère que ce type d'endommagement serait lié à l'homogénéité de la microstructure de la roche saine.

1.5.2. Importance du chemin de chargement

Les études expérimentales présentées précédemment ont été réalisées en condition dite triaxiale, l'augmentation de la pression effective étant obtenue par augmentation de la contrainte axiale à pression de confinement constante. Les conditions de chargement réalisées en laboratoire feront l'objet d'une présentation plus détaillée en introduction du chapitre 4. Néanmoins, ces conditions peuvent diverger significativement des évolutions des états de contrainte estimées sur champs au cours de la production.

Rhett et Teufel (1992b) montrent l'importance du chemin de chargement sur les évolutions de compressibilité et de perméabilité d'une roche. Ils montrent dans un premier temps, que les déformations observées sur les grès du réservoir d'Ekofisk ne sauraient s'expliquer par un chargement oedométrique, mais nécessitent la prise en compte d'une augmentation de contrainte horizontale représentant 50% de l'augmentation de contrainte verticale liée à la déplétion du gisement. D'après leurs conclusions, il serait préférable de reproduire les conditions de déplétion par la réalisation d'essais proportionnels, qui prennent en compte une variation simultanée des contraintes axiale et radiale.

Ces auteurs ont également mesuré les évolutions de perméabilité d'un grès de Mer du Nord pour plusieurs chemins de chargement. Ils définissent le chemin de chargement K comme le rapport entre la variation de la contrainte effective horizontale $\Delta\sigma_h$ et la variation de la contrainte effective verticale $\Delta\sigma_v$. Les essais sont réalisés par diminution de la pression de pore en maintenant une contrainte axiale σ_v constante, et la variation de la contrainte de confinement σ_h leur permet d'atteindre la valeur de K souhaitée. La figure 1.12 montre les résultats ainsi obtenus.

On constate que l'évolution de perméabilité dépend fortement des chemins de chargement; celle-ci diminue lorsque $K=1$, et augmente lorsque $K=0,15$ et $0,25$. Les auteurs n'expliquent pas le

mécanisme de cette augmentation, mais cette étude a été l'une des premières montrant ce type de comportement sous l'effet d'une augmentation de contraintes. Un résultat similaire avait été montré par Morita et al. (1984). Ces derniers observaient une légère augmentation de perméabilité avant la rupture liée à une phase de dilatance.

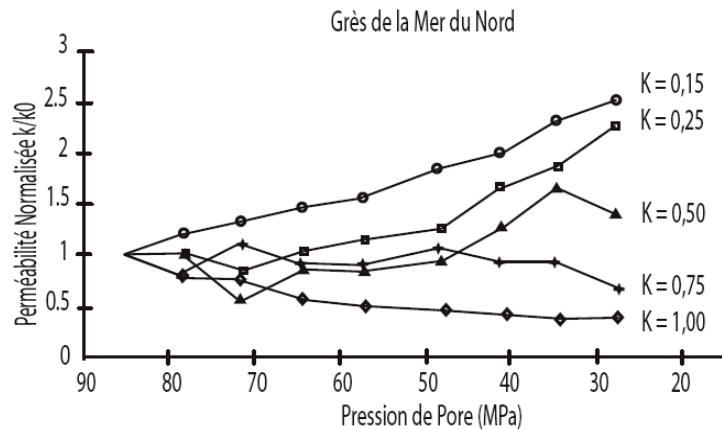


Figure 1.12 : Évolution de la perméabilité normalisée en fonction du chemin de chargement (d'après Rhett et Teufel, 1992b)

Des expériences similaires à celle de Rhett et Teufel ont été réalisées par Ruistuen et al. (1999), sur un grès faiblement consolidé (grès d'Etive de porosité ~25%) et un grès plus cimenté (grès de Tabert de porosité ~25%) du champ de Osberg en Mer du Nord. Les chemins de chargement testés dans cette étude sont $K=0$ (contrainte de confinement constante), $K=0,5$ et $K=1$ (condition hydrostatique). Les deux grès montrent alors un comportement différent selon le chemin de chargement suivi. En raison de sa plus faible consolidation, la compressibilité du grès d'Etive augmente avec la diminution du paramètre de chemin de chargement, et les auteurs observent une diminution de la perméabilité indépendamment du chemin de chargement investigué. Celle-ci décroît fortement une fois l'enveloppe de rupture atteinte, avec l'activation des mécanismes de compaction en cisaillement et d'effondrement de la porosité. A l'inverse, le grès de Tabert montre une augmentation de sa compressibilité avec l'augmentation du chemin de chargement et une diminution de perméabilité plus faible que pour le grès d'Etive. A $K=0$, la perméabilité n'évolue quasiment pas. Les auteurs expliquent cette évolution par la mise en place d'un réseau de microfissures se développant parallèlement à la direction axiale. La coalescence de ces microfissures induit alors la rupture fragile de l'échantillon.

Récemment, Trautwein et Huenges (2005) ont réalisé des mesures de perméabilité sous chargement oedométriques, couplées à des mesures de résistivité et d'émissions acoustiques. Les essais sont menés sur le grès de Rotliegend (porosité de 18 à 10%) et sont réalisés par diminution de la pression à partir des conditions de pression mesurées in-situ dans le puits de Groß Schönebeck. Pour les échantillons les moins perméables, les auteurs montrent une évolution non linéaire de la perméabilité avec la diminution de la pression de pore. Celle-ci n'est pas liée à un endommagement

de la roche, puisqu'elle se met en place dans le régime de déformation élastique. Cette évolution singulière serait associée à l'ouverture des joints de grains orientés parallèlement à la direction de mesure, sous l'effet du déviateur. En conclusion, les auteurs insistent sur la nécessité de mesurer les perméabilités dans les directions transverses à la direction de contrainte axiale, pour rendre compte des évolutions de l'anisotropie de la microstructure en cours de chargement.

1.6. Anisotropie de perméabilité

Les propriétés anisotropes d'une roche sédimentaire sont héritées en premier lieu de ces conditions de dépôt et de son histoire diagénétique. Les anisotropies structurales peuvent être observées à toutes les échelles.

A l'échelle de la microstructure, l'anisotropie peut être marquée par un allongement préférentiel des grains constitutifs de la matrice solide, une densité de contacts intergranulaires ou une famille de microfissures montrant une orientation privilégiée. En conséquence, la porosité peut présenter une anisotropie de forme, qui aura un impact sur les propriétés physiques, en particulier sur les propriétés de transport macroscopiques.

A l'échelle d'un réservoir, cette anisotropie peut être caractérisée par la présence de fractures, constituant des drains préférentiels pour la circulation de fluides. Comme nous l'avons vu, la déplétion peut être à l'origine d'une augmentation importante de la contrainte verticale appliquée sur le réservoir. Or dans le cas de forages verticaux, la production va généralement dépendre des perméabilités horizontales. Par conséquent, il semble essentiel que les expériences menées à l'échelle macroscopique rendent compte des évolutions d'anisotropie de la perméabilité sous l'effet d'une modification des contraintes déviatoriques.

Cependant, peu d'études sur l'anisotropie de perméabilité des roches naturelles sous contraintes sont disponibles dans la littérature, et ce, en raison des difficultés de mesure de cette anisotropie en laboratoire. Dans cette section, on entend par anisotropie, les mesures de perméabilités dans les directions parallèles et transverses à la contrainte axiale. En effet, il n'existe à ce jour, aucun outil permettant de définir expérimentalement les évolutions des composantes du tenseur de perméabilité sous chargement.

Gray et al. (1963) sont parvenus à mesurer la perméabilité directionnelle à l'air lors d'un chargement hydrostatique sur les grès de Boise et de Béréa. Ils constatent que la perméabilité mesurée dans la direction verticale k_v diminue avec le chargement, alors que la perméabilité horizontale k_h ne semble pas affectée. Ceci s'explique par une orientation préférentielle des microfissures dans la direction de mesure de la perméabilité verticale. En réponse à l'application d'une contrainte

hydrostatique sur l'échantillon, ces microfissures tendraient à se fermer. En conséquence, la perméabilité est préférentiellement affectée dans la direction d'alignement préférentiel de ces fissures.

Sur le grès d'Adamswiller, une autre étude de Zhu et al. (1997) montre les difficultés de calage des perméabilités horizontales et verticales, lorsque celles-ci sont acquises lors de deux essais indépendants. Alors qu'habituellement les essais triaxiaux s'effectuent en augmentant la contrainte axiale à confinement constant, la perméabilité étant ainsi mesurée dans la direction de contrainte maximale, les auteurs se proposent de mesurer la perméabilité dans la direction de contrainte minimale en réalisant un essai triaxial dit « d'extension ». Pour ce type d'essai, ils maintiennent la contrainte axiale constante et augmentent la pression de confinement. Afin d'étudier l'anisotropie de perméabilité sous contraintes déviatoriques, Zhu et al. calent les perméabilités k_1 (dans la direction de contrainte maximale σ_1) acquises en chargement compressif et celles k_3 (dans la direction de contrainte minimale σ_3) acquises en essais extensifs.

La figure 1.13.a. présente les différents chemins de chargement suivis lors des deux essais dans un diagramme P' - q (contrainte effective - contrainte déviatorique). Sur ce diagramme, les auteurs montrent que les chemins de chargement suivis lors des deux tests ne s'intersectent qu'en un seul point, où ils peuvent discuter des anisotropies de perméabilités pour cet état de contrainte donné. Leurs résultats (figure 13.b) sont assez proches de ceux de Gray et al. (1963) et montrent une évolution différente selon la direction de mesure considérée. Sur ce graphique, les résultats obtenus pour les perméabilités sont normalisés par les valeurs de perméabilités atteintes à la pression critique P_{cr} . La perméabilité k_3 diminue plus fortement que k_1 , la fermeture des fissures serait donc favorisée dans la direction perpendiculaire à la contrainte maximale.

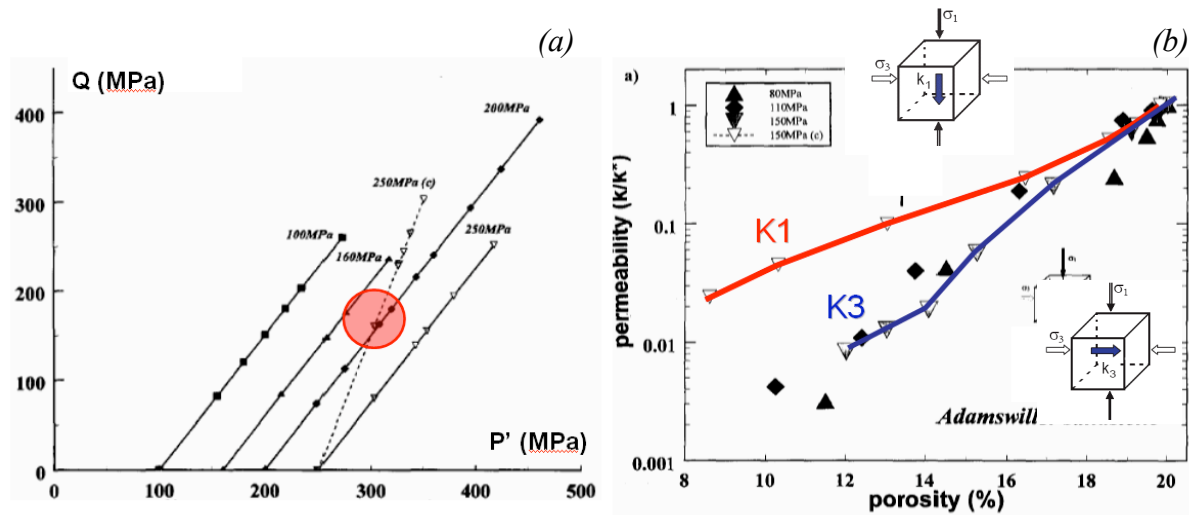


Figure 1.13 : (a) Chemins de chargement (traits pointillés : essai compressif, traits pleins : essais extensifs) (b) Evolution des perméabilités normalisées axiales et radiales en fonction de la porosité (D'après Zhu et al., 1997)

Schutjens et De Ruig (1997) réalisent des mesures de perméabilités sous chargement oedométrique et hydrostatique sur un grès de réservoir (dont l'origine n'est pas précisée) au moyen d'un dispositif expérimental spécialement équipé pour mesurer la perméabilité radiale. Les auteurs

montrent une augmentation de la compressibilité du grès, en condition de chargement. L'analyse microstructurale post-mortem des échantillons leur permet de lier cette augmentation de compressibilité à une intense fracturation intra et inter granulaire sous l'effet de la contrainte déviatorique. La perméabilité radiale diminue pour les deux types de chargement, cette diminution étant particulièrement marquée en condition hydrostatique. Schutjens et de Ruig (1997) contestent alors les résultats de Rhett et Teufel (1992b), qui observaient pour des chemins de chargement similaires une augmentation de la perméabilité avec la contrainte. En effet, ils pensent que Rhett et Teufel (1992b) ont mesuré les perméabilités dans la direction de distribution préférentielle des microfissures, celles-ci s'ouvrant sous l'effet de la pression, soulignant l'importance d'une caractérisation fine de la microstructure.

Khan et Teufel (2000) étudient le développement de l'anisotropie de perméabilité sous différents chemins de chargement. Les expériences sont conduites sur un grès fortement consolidé, de faible perméabilité. Les auteurs montrent que la perméabilité diminue plus fortement dans la direction transverse à la direction d'application de la contrainte axiale. Comme le montre la figure 1.14, indépendamment du chemin de chargement suivi, le taux d'évolution de la perméabilité dans la direction horizontale est quasi constant avec l'augmentation de la pression de pore. A l'inverse, la diminution de perméabilité verticale est de moins en moins marquée à mesure que le paramètre de chemin de chargement K est faible. A $K > 0,25$, la perméabilité axiale tend même à augmenter avec la diminution de pression de pore. Ceci traduit une nouvelle fois, l'ouverture d'une microfissuration préférentiellement dans la direction d'application de la charge axiale.

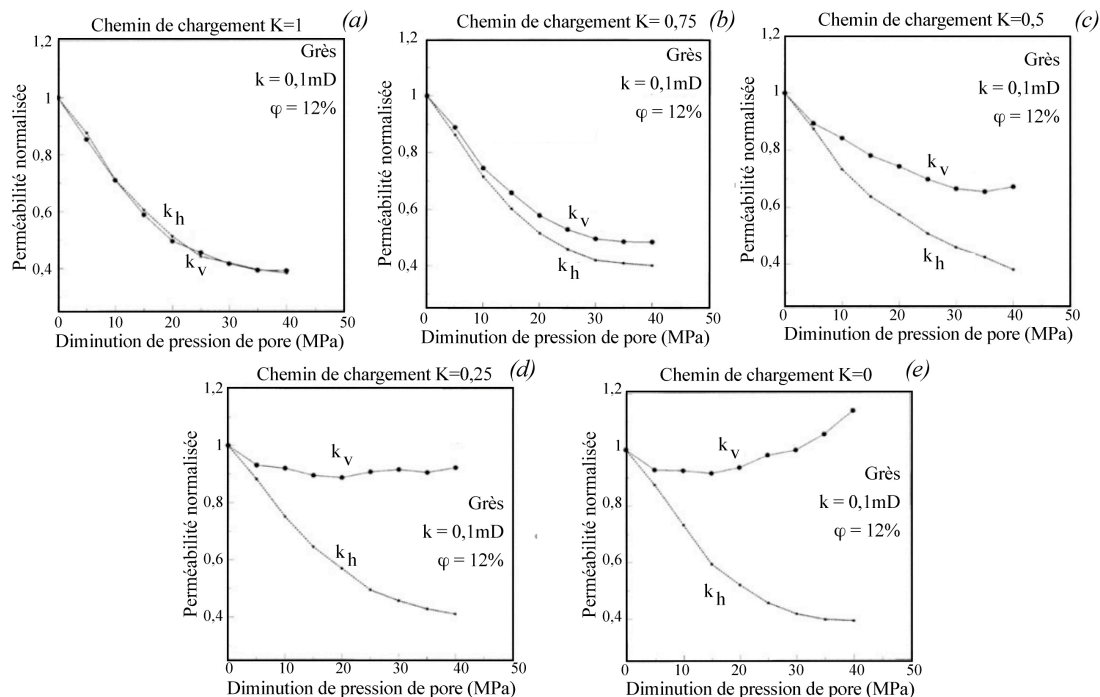


Figure 1.14 : Evolution des perméabilités mesurée dans les directions horizontales et verticale pour différents chemins de chargement (D'après Khan et Teufel, 2000)

1.7.Synthèse

Une synthèse des mécanismes d'endommagement et des évolutions de perméabilité sous chargements déviatoriques est proposée dans la figure 1.15. Dans l'espace des contraintes, défini par la pression moyenne effective P' et le déviateur q , le domaine de déformation pseudo élastique d'un matériau poreux. Ce domaine est limité par une enveloppe de rupture caractérisant un endommagement irréversible du matériau. Cette enveloppe est obtenue en reportant les pressions seuils pour lesquelles sont observé cet endommagement, et qui sont déterminées lors de plusieurs essais triaxiaux réalisés à confinement constant ou par rampe de chargement proportionnel. Pour les hautes pressions effectives, l'endommagement est dit cataclastique ou compactant cisaillant. L'enveloppe de rupture dans ce domaine est généralement décrite par un modèle elliptique (ou cap model) (Wong et al., 1997). A plus faible pression effective, la rupture est dite fragile et est précédée d'une phase de dilatance plus ou moins marquée en fonction du type d'échantillon testé.

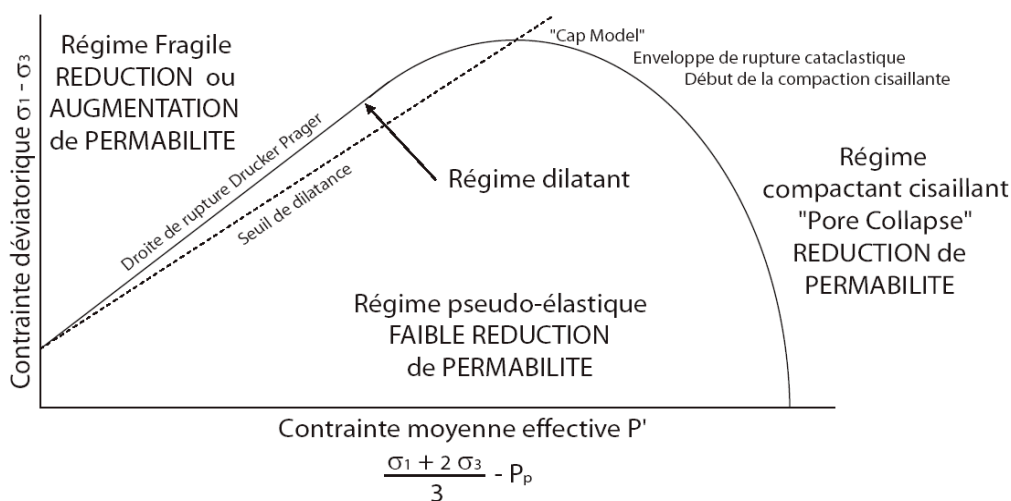


Figure 1.15 : Schéma synthétique des évolutions de perméabilité et des régimes de déformation, reportés dans un diagramme (P' - q).

Les facteurs contrôlant les évolutions de perméabilité sont multiples. Ils reposent principalement sur la nature de la roche étudiée, sa composition, sa porosité initiale et l'évolution de sa microstructure au cours du chargement.

Indépendamment du chemin et du type de chargement suivi, la perméabilité des roches de forte porosité tend à diminuer avec l'augmentation de la pression effective (David et al., 1994), jusqu'à un seuil de pression critique, pour lequel la microstructure va subir d'importantes modifications irréversibles. A cette pression critique, l'activation des mécanismes de fracturation intragranulaire induit un effondrement de la porosité (Zhang et al., 1990) qui se traduit par une très forte diminution

de la perméabilité. Ces mécanismes peuvent être diffus ou localisés au sein du matériau. En effet, les études récentes (Klein et al., 2001 ; Fortin et al., 2005) mettent en évidence une localisation de la déformation au sein de bandes de compaction. Ces bandes vont alors jouer un rôle de barrière à l'écoulement et peuvent induire une diminution importante de la perméabilité.

L'augmentation de la perméabilité en cours de chargement est surtout observée sur des roches de faible porosité (Keaney et al., 1998 ; Heiland et Raab, 2001) et sous des conditions de chargement induisant une rupture fragile. Sous l'effet d'une forte contrainte déviatorique, l'ouverture de microfissures induit en effet une augmentation de la porosité durant la phase de dilatance ; et la coalescence de ces microfissures entraîne l'augmentation de la perméabilité.

CHAPITRE 2

Méthodes Expérimentales

Tout au long de cette thèse, les principales activités expérimentales se sont focalisées sur la mise en œuvre, le développement et la validation des résultats obtenus sur la cellule triaxiale de mesures des évolutions de perméabilités directionnelles sous chargement déviatorique. La principale innovation de cet outil est de pouvoir mesurer à un état de chargement donné, les perméabilités d'une roche dans trois directions perpendiculaires, l'axe de l'échantillon correspondant à la direction de contrainte maximale. La conception de cette cellule est le fruit d'une collaboration entre le LMS et l'IFP et sa réalisation a été confiée à la compagnie ErgoTech. Les premiers tests effectués sur le dispositif, nous ont permis d'apporter un certain nombre d'améliorations. Les principales difficultés rencontrées lors de la mise à l'épreuve du dispositif résultaient des problèmes d'étanchéité de la membrane et de stabilité des écoulements transverses. Les premiers résultats exploitables sur les grès, présentés dans le chapitre 3, ont été obtenus fin 2006 et cet équipement est désormais pleinement opérationnel à l'IFP.

Dans ce chapitre, nous présentons une description détaillée du dispositif de mesure sous contraintes et des mesures spécifiques réalisées. Les techniques de post-traitement numérique des données de perméabilités transverses et d'estimation des erreurs sur les mesures de déformation et de perméabilité sont également présentées. Enfin, il semblait essentiel de présenter les limites de cet outil, celles-ci nous ayant obligé à abandonner certaines pistes de travail envisagées en début de thèse.

En introduction de ce chapitre, nous présentons rapidement les outils et techniques utilisées dans cette étude afin de déterminer les caractéristiques pétrophysiques des matériaux testés par la suite.

SOMMAIRE

2.1. Présentation du dispositif de Mesures Sous Contraintes	35
2.1.1. Cellule triaxiale et circuit de régulation des pressions axiale et de confinement	35
2.1.2. Circuit de régulation sur le milieu poreux	39
2.2. Mesures en cours d'essai	39
2.2.1. Mesure des déformations	40
2.2.2. Mesure des variations du volume poreux (en condition drainée).....	41
2.2.3. Mesure des perméabilités directionnelles	43
2.3. Mise en place de l'essai.....	47
2.3.1. Préparation des échantillons	47
2.3.2. Mesure de la porosité initiale.....	47
2.3.3. Montage de la cellule.....	48
2.4. Quantification des incertitudes de mesures.....	49
2.4.1. Correction des erreurs de mesure de déformation	49
2.4.2. Incertitudes sur les mesures de perméabilité	52
2.5. Post-traitement numérique des données de perméabilités radiales.....	54
2.5.1. Etat de l'art	54
2.5.2. Facteur géométrique pour un milieu homogène de perméabilité isotrope	56
2.5.3. Facteur géométrique pour un milieu homogène de perméabilité anisotrope.....	57
2.6. Limites du dispositif	58
2.6.1. Charge maximale accessible	58
2.6.2. Asservissement	59
2.6.3. Détermination du tenseur d'anisotropie de perméabilité.....	60
2.7. Méthodologie de caractérisation pétrophysique.....	65
2.7.1. Mesure de porosité par la méthode d'expansion du gaz.....	65
2.7.2. Porosimétrie par intrusion de mercure.....	66
2.7.3. Tomodensitométrie par rayon X.....	67
2.7.4. Analyse structurale tridimensionnelle par microtomographie RX	70
2.7.5. Anisotropie des vitesses acoustiques des ondes P (AVP)	71

2.1. Présentation du dispositif de Mesures Sous Contraintes

Le dispositif de "Mesures Sous Contraintes" (MSC) , dont un schéma de principe est présenté en figure 2.1, permet la mesure des perméabilités d'un échantillon de roche poreuse dans trois directions perpendiculaires pour un état de contrainte donné et/ou un chemin de chargement imposé. Ce dispositif a été conçu afin de mesurer les évolutions des propriétés de transport sur des échantillons couvrant de larges gammes de porosité et de perméabilité, et ce, en conditions de réservoir.

Les types de matériaux géologiques pouvant ainsi être testés s'étendent des formations granulaires non ou faiblement consolidées aux roches de type réservoir plus consolidées. Les différents éléments du dispositif sont réalisés dans des matériaux (alliage de Titane et Hastelloy) résistant à la corrosion, permettant ainsi de travailler avec différents fluides et saumures, à des hautes températures. Dans cette étude, nous nous sommes limités aux mesures de perméabilités absolues (en condition d'écoulement monophasique) avec une saumure de concentration de NaCl de 20g.L^{-1} et à une température de 40°C .

Le dispositif se compose principalement :

- d'une cellule triaxiale, permettant l'application d'une charge axiale et d'une pression de confinement,
- d'un circuit de régulation de la pression de confinement,
- d'un circuit de régulation de la pression axiale (pouvant fonctionner de façon couplée ou indépendante avec le circuit de régulation de la pression de confinement),
- d'un circuit permettant de générer des écoulements de fluide sous pression (pression de pore) au sein de l'échantillon testé.

2.1.1. Cellule triaxiale et circuit de régulation des pressions axiale et de confinement

La cellule triaxiale permet d'appliquer une pression de confinement autour de l'échantillon cylindrique et une charge axiale par l'intermédiaire d'un piston mobile. Le dimensionnement de la cellule permet de travailler à une pression confinante maximale de 69MPa . L'échantillon cylindrique, idéalement de diamètre $38,1\text{mm}$ et de longueur 80mm , est placé dans une membrane en nitrile ou fluoro-élastomère (permettant de travailler respectivement à des températures maximales de 130°C et 200°C), isolant celui-ci de l'huile de confinement et permettant l'application d'une pression de pore indépendamment de la pression de confinement. L'équipement spécifique de la membrane permettant la mesure des perméabilités selon le diamètre de l'échantillon sera présenté dans la section 2.2.1. L'huile utilisée pour assurer le confinement est une huile de synthèse GlobalTHERM, choisie pour sa compatibilité avec le capteur de déformation interne (huile peu conductrice à haute température).

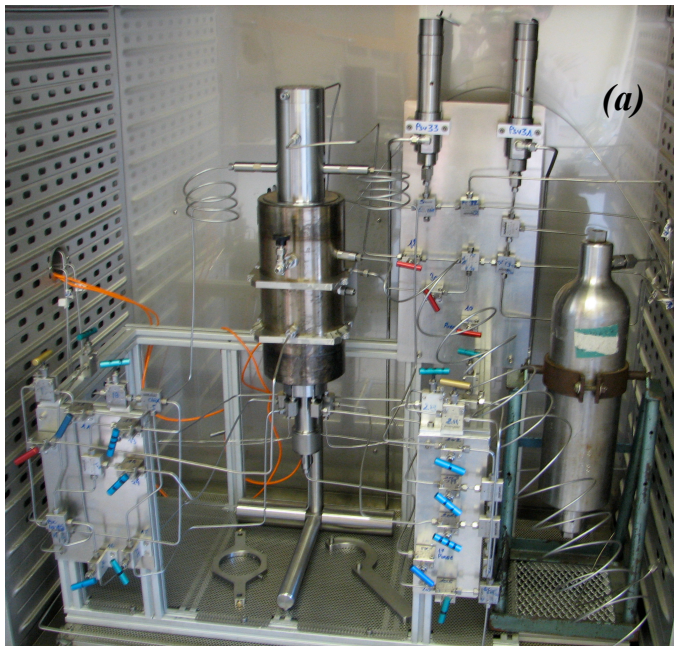
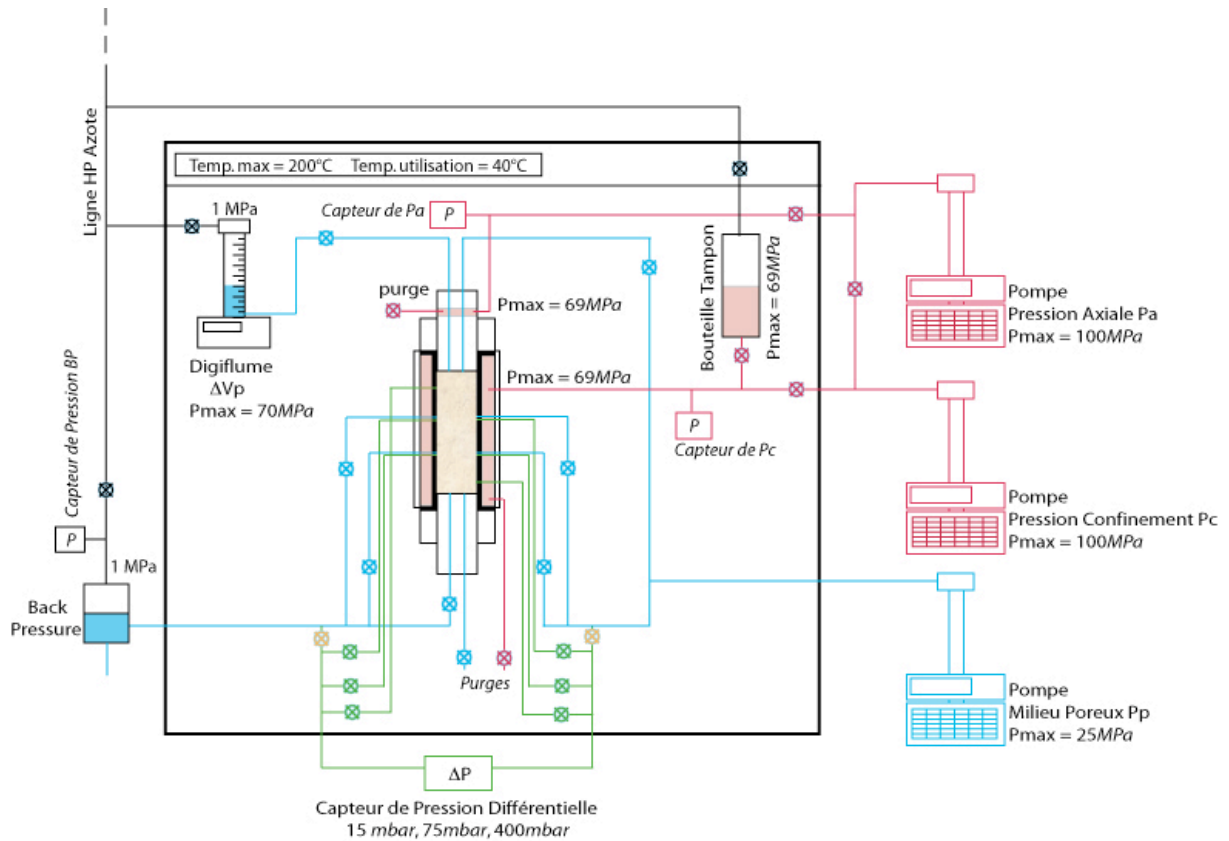


Figure 2.1 : (haut) Schéma de principe du dispositif de Mesures Sous Contraintes. Les lignes symbolisées en rouge correspondent au circuit de régulation des pressions de confinement et de charge axiale, les lignes d'écoulements sont symbolisées en bleu et les lignes associées aux mesures du différentiel de pression sont représentées en vert. (bas) Photographies de la cellule en place dans l'étuve (a) et des pompes permettant de la régulation des pressions de confinement et axiale, ainsi que la mise en écoulement des fluides dans le milieu poreux (b).

La figure 2.2 présente un schéma de la cellule proprement dite ; celle-ci se compose d'une chambre de confinement cylindrique, d'un piston inférieur fixe et d'un piston supérieur mobile placée

sous une chambre. Les pistons sont réalisés dans un alliage de titane (Ti6Al4V-Gr.5) choisi pour son excellente résistance à la corrosion. La pression d'huile appliquée dans la chambre supérieure permet la descente du piston et la transmission de la contrainte axiale sur l'échantillon. Contrairement à certaines cellules triaxiales et par simplicité de conception, la cellule n'est pas équipée de chambre d'autocompensation. Ce type de chambre permet habituellement d'éviter les interactions de la pression de confinement sur le piston.

Les pressions de confinement et de charge axiale sont appliquées par l'intermédiaire de deux pompes ISCO 65D fonctionnant de façon indépendante. Ce découplage peut également être assuré par une bouteille tampon ($P_{max}=69MPa$), lorsque l'on travaille à pression de confinement constante. La contrainte appliquée en cours de chargement est mesurée par deux capteurs de pression placés sur les circuits de régulation de pression axiale et de confinement. La cellule n'est pour l'instant pas équipée d'un capteur de force axiale. L'implantation de ce type de capteur est rendue délicate dans la configuration actuelle du dispositif. Nous avons envisagé de placer celui-ci entre le piston et l'échantillon, mais des difficultés de maintien de l'étanchéité au niveau des connexions électriques de ce type de capteur se pose en raison de la géométrie de la membrane à lèvres (voir figure 2.5.).

Les corps des pistons inférieur et supérieur sont vissés directement sur la chambre cylindrique. Deux annulaires équipés de joints en viton et d'anneau anti-extrusion en peek sont placés entre la membrane et le corps de la cellule. Ils permettent d'une part d'assurer l'étanchéité du milieu confinant, et d'autre part, de maintenir les extrémités de la membrane.

Le corps du piston inférieur est muni de six perforations permettant le passage des lignes d'écoulement et de prise de pression relatives aux mesures de perméabilités radiales, et à la mesure des pressions locales aux extrémités de la membrane. La réalisation des écoulements dans la direction d'allongement de l'échantillon est rendue possible par l'usinage de canalisations dans les pistons. La surface des pistons en contact avec l'échantillon n'est pas lisse mais présente un rainurage de 1mm de profondeur en forme de 'toile d'araignée' permettant de bien répartir l'écoulement aux extrémités de l'échantillon.

Sur le pourtour de l'enceinte de confinement cylindrique, deux passages de fils étanches ont été usinés pour assurer la connexion du capteur de déformation radiale aux appareils d'acquisition externes.

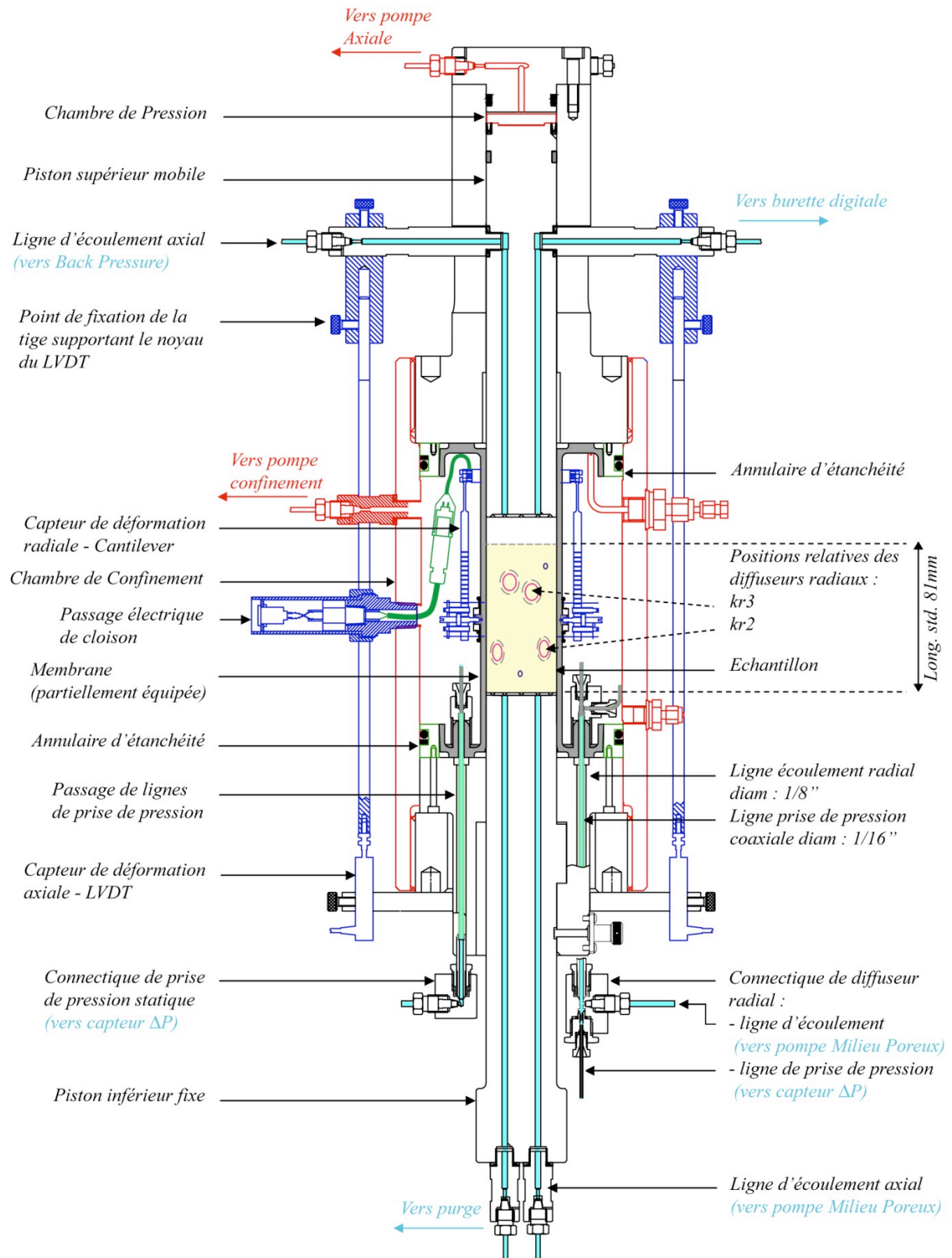


Figure 2.2 : Schéma détaillé de la cellule triaxiale. Par soucis de clarté, l'équipement spécifique de la membrane n'est pas représenté, à l'exception du capteur de déformation radiale.

2.1.2. Circuit de régulation sur le milieu poreux

Le dispositif est équipé d'une troisième pompe permettant la régulation en pression ou la mise en écoulement du fluide de pore à travers l'échantillon. Cet écoulement peut être imposé dans les trois directions de mesure par l'intermédiaire d'un système de vannes. La mesure du différentiel de pression, généré par l'écoulement de fluide, est assurée par un capteur de pression différentiel ABB placé entre l'amont et l'aval de l'échantillon et dont l'étendue de mesure (en mbar) est choisie en fonction de la perméabilité de l'échantillon testé. Pour assurer une pression de pore constante lorsque la pompe fonctionne en débit constant, une vanne de régulation hydraulique de type contrepression (Back-Pressure) est placée en aval de l'échantillon. Celle-ci fonctionne selon le principe d'une soupape dont on peut contrôler la pression d'ouverture, par une contrepression d'huile ou de gaz.

L'ensemble des lignes et du matériel du système de régulation du milieu poreux est en Hastelloy, matériau particulièrement résistant à la corrosion et permettant de travailler à haute température avec des fluides de forte salinité.

La viscosité du fluide de pore constitue un paramètre essentiel dans le calcul de la perméabilité. La viscosité étant très sensible à la température, nous nous assurons de travailler à température constante le long de l'ensemble des lignes d'écoulement, ainsi qu'au sein de la cellule. Une grande partie du système est donc placée dans une étuve dont on peut réguler la température. On dispose, par ailleurs, d'enroulements chauffants autour des lignes sortant de l'étuve; la pompe permettant d'injecter le fluide dans le milieu poreux est également maintenue à température constante par un dispositif de circulation de fluide caloporteur relié à un bain thermostaté. Un module d'acquisition permet la lecture directe de tous les paramètres mesurables lors de l'essai et les données sont stockées et enregistrées sur un PC.

2.2. Mesures en cours d'essai

Deux protocoles d'essais de compression ont été réalisés au cours de cette étude. Dans un premier temps, les échantillons ont été chargés par incréments successifs de contrainte. L'intérêt principal de ce type d'essais par palier résulte dans la capacité de mesurer les évolutions de porosité et des perméabilités dans les trois directions d'investigation sur un même échantillon au cours d'un seul cycle de chargement. Néanmoins, le grand nombre de manipulations successives nécessaires (ouverture, fermeture des vannes) pour permettre le passage d'une direction de mesure de perméabilité à une autre peut induire des différences notables des conditions d'écoulements entre deux états de contraintes. Par conséquent, et suivant la méthodologie décrite par Heiland et Raab

(2001), une campagne d'essais a également été réalisée dans des conditions de chargement continu jusqu'aux limites en pression de la cellule ou jusqu'à l'endommagement des échantillons testés.

Les avantages et inconvénients de ces deux protocoles seront clarifiés au vu des résultats expérimentaux présentés dans les chapitres 3 et 4. Néanmoins, pour faciliter la compréhension des différentes mesures réalisées en cours d'essai, il semble important de différencier dès maintenant les chargements par incréments de pression (paliers de pressions) et les chargements continus (par rampes de pression).

2.2.1. Mesure des déformations

a) Capteurs de déformation axiale

Les mesures de la déformation axiale sont assurées par deux capteurs LVDT (Linear Variable Differential Transformer) RDP (type DS) situés à l'extérieur de la cellule. Un capteur LVDT est constitué d'un noyau ferromagnétique, qui coulisse dans un transformateur. Ce dernier est constitué de trois bobines de forme cylindrique et coaxiale, l'une primaire sur laquelle est appliquée une tension sinusoïdale et deux secondaires sur lesquelles sont enregistrées les perturbations du champ électrique générées par le déplacement du noyau.

Le noyau ferromagnétique est disposé sur une tige solidaire du piston supérieur mobile ; le transformateur est quand à lui fixé sur le piston inférieur fixe, comme illustré sur la figure 2.2. Après étalonnage, la réponse linéaire des LVDT est proportionnelle au déplacement du noyau dans le transformateur; on obtient ainsi une mesure déportée du déplacement du piston supérieur. Sous chargement, ce déplacement est corrélable à la déformation (raccourcissement ou élongation) de l'échantillon, après correction de la composante de déformation des pistons.

Les inconvénients de ce type de mesure externe ont largement été commentés dans la littérature (Lo Presti 1994, Bésuelle 1999, El Bied 2000, Valès et al. 2007). Ces auteurs montrent que les mesures de déformations globales peuvent être entachées d'erreurs importantes surtout pour des matériaux géologiques peu déformables. De par leurs localisations externes, les capteurs utilisés dans notre étude enregistrent en effet la somme des déformations de l'échantillon testé et des pistons (fixe et mobile).

Si l'utilisation de capteurs de déformations internes est largement recommandée dans le cas d'essais triaxiaux, nous ne pouvons envisager d'utiliser ce type de capteur en raison de leur encombrement incompatible avec l'équipement déjà en place dans l'enceinte. Les capteurs internes couramment utilisés en mécanique des roches sont, par exemple, des LVDT (Lo Presti 1994, Ouffroukh 2004), des capteurs à lame flexibles de type LDT (Bésuelle et Desrues 1998, Gomes et al. 2001), des capteurs à effet Hall (Clayton et al. 1989), des jauges de déformation montées en pont de

Wheastone directement collées sur l'échantillon apportant une information sur les déformations locales. (Baud et al. 2000, Vajdova et al. 2004, Fortin et al. 2005).

Dans la section 2.4.1., nous aborderons la possibilité de quantifier et de prendre en compte les erreurs liées à la mesure externe de la déformation axiale, afin de corriger nos mesures.

b) Capteur de déformation radiale

Le capteur de déformation radiale est un cantilever (synonyme de 'poutre en porte à faux') fixé directement sur la membrane (voir figure 2.5). Ce type de capteur repose sur la mesure d'une différence de potentiel générée lors de l'écartement de lames flexibles. Le cantilever monté sur notre dispositif est constitué de deux paires de lames verticales disposées orthogonalement, permettant d'effectuer simultanément deux mesures de la déformation radiale de l'échantillon. Chaque lame est équipée de jauges de déformation montées en pont de Wheatstone. A l'équilibre, le pont a une tension V nulle, mais la variation de la résistance R_x associée à la déformation induit une variation de cette tension. Les trois autres résistances ont des valeurs constantes. La tension de sortie enregistrée est alors égale à :

$$V_{out} = \frac{V_{in} \cdot (R_x \cdot R_3 - R_2 \cdot R_4)}{(R_2 + R_x) \cdot (R_3 + R_4)} \quad (2.1)$$

Après calibration du cantilever à l'aide d'une vis micrométrique (Mitutoyo) la variation de tension associée à la déformation de la résistance R_x est proportionnelle à la flexion des lames et, par conséquent, à l'écartement de chaque paire de lames. Cet écartement peut être considéré comme représentatif de la dilatation ou de la contraction de l'échantillon après cyclage en pression de la membrane.

Les quatre points d'appui des branches du cantilever viennent se loger dans des supports métalliques moulés dans la membrane. L'espacement entre les touches du cantilever et la surface de l'échantillon est ainsi minimisé, et permet de limiter la prise en compte des déformations de la membrane sur la mesure. Une fois en place, le réglage du cantilever est assuré par des vis permettant de mettre initialement les lames en flexion. Quatre ressorts par lames permettent de plaquer les supports métalliques au plus près de l'échantillon et assurent la rigidité du système. La limite d'utilisation de notre capteur en température est de 130°C.

2.2.2. Mesure des variations du volume poreux (en condition drainée)

En condition drainée, la variation du volume poreux correspond à la quantité de fluide expulsé de l'échantillon lorsqu'une variation de contrainte externe est appliquée. Chronologiquement,

deux méthodes de mesures ont été mises en œuvre au cours des différents essais en fonction de l'amélioration du dispositif.

a) Mesure par la pompe d'injection

L'évolution du volume poreux est déterminée directement par les variations du volume de pompe 'Milieu Poreux', lorsque celle-ci est maintenue en mode 'régulation de pression', à température contrôlée. Après un temps de stabilisation de quelques minutes à la pression de pore de consigne de 1 MPa, on augmente la pression externe appliquée sur l'échantillon. En réponse, le fluide interstitiel est expulsé de l'échantillon. Le volume de fluide peut alors être déterminé par les variations du volume de la pompe, comme illustré sur la figure 2.3.

Néanmoins, nous avons rencontré régulièrement des problèmes de fuite sur ce type de pompe, liées aux types de joints les équipant (joint à lèvres à ressort sensible à la corrosion). Si ces microfuites ne sont pas critiques sur les mesures de perméabilités, car négligeables devant les débits d'injection, elles peuvent induire d'importantes erreurs lors de la mesure de faibles variations volumiques. Il est alors nécessaire de faire des corrections sur les mesures du volume de pompe, en supposant que celles-ci restent constantes au cours de la montée en pression, comme illustré sur la figure 2.3.b. En règle générale, la correction à apporter varie de 10^{-6} à 10^{-5} ml.s⁻¹. Comme le montre la figure 2.3.b, la correction apportée n'est pas toujours satisfaisante, l'enregistrement de la variation de volume de pore peut être entachée d'une erreur significative lors de l'accommodation de la déformation de l'échantillon une fois la contrainte de confinement atteinte. La variation de volume poreux lors de l'augmentation de charge est alors définie comme le maximum de variation mesurée sur le volume corrigé.

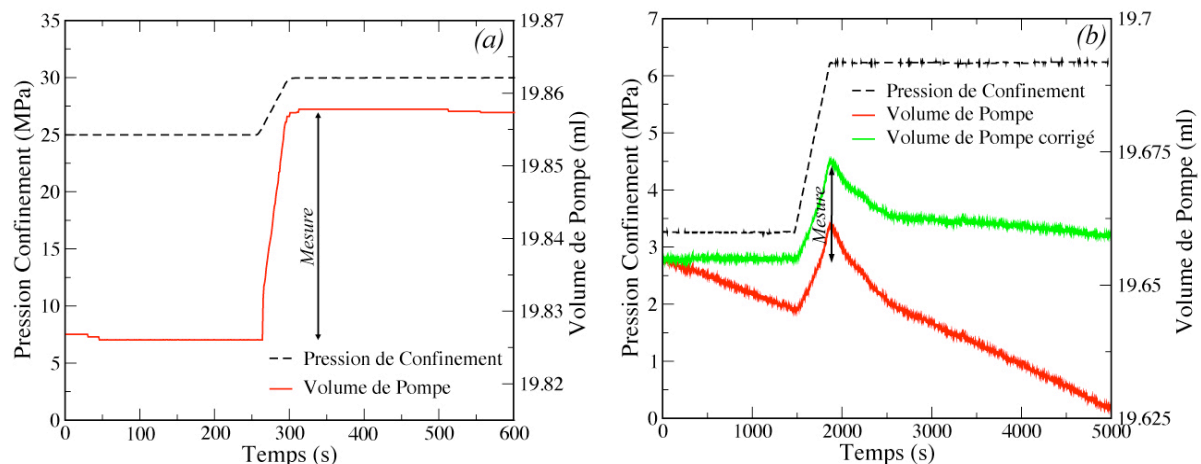


Figure 2.3 : Mesure classique des évolutions du volume poreux à partir du volume de pompe, lors de l'application d'un incrément de charge. (a) Réponse de la pompe correcte, (b) Enregistrement d'une fuite sur la pompe nécessitant la correction du volume enregistré.

b) Mesure par burette digitale

Pour s'affranchir des problèmes de fuite de la pompe que nous venons d'exposer, une burette digitale (Digiflume) d'un volume de 10ml a été ajoutée au dispositif (voir figure 2.1). Ce type d'appareil présente le double intérêt de s'assurer du maintien d'une pression de pore constante par l'intermédiaire d'un tampon de gaz et de mesurer les variations du volume de fluide avec une précision de 1 μ l. Cet appareil a été utilisé lors des mesures en chargement continu, pour lesquels les temps d'expérimentation sont beaucoup plus longs que pour un simple incrément de charge (une dizaine d'heures contre quelques minutes) et ne garantissent alors pas une correction satisfaisante des erreurs liées à la mesure sur pompe. Par ailleurs, pour les mesures de variation de porosité (ou se compressibilité de pore) réalisées en chargement continu, nous avons utilisé une membrane pleine (sans perforations radiales), à la différence des mesures de perméabilités directionnelles présentées dans la section suivante. Les passages de lignes externes sont alors obstrués par la mise en place de bouchons en peek. L'utilisation d'une telle membrane permet de diminuer sensiblement les sources de fuites au cours de la mesure, essentiellement liées aux connections entre les lignes internes et externes à la cellule.

2.2.3. Mesure des perméabilités directionnelles

Les mesures de perméabilités sont réalisées en régime stationnaire par palier de débits constants ('steady state'). Dans le cas des essais de compression par incréments de pression, elles sont effectuées à contrainte effective constante, la pression de pore étant maintenue constante par l'utilisation de la vanne de régulation 'Back-Pressure' en sortie du système. Le différentiel de pression créé par l'écoulement du fluide à travers l'échantillon est enregistré par un capteur placé entre l'amont et l'aval de l'échantillon. Après chaque incrément de pression, on observe un délai suffisant avant de mettre le fluide en écoulement, pour s'assurer de la stabilisation de la compaction, évaluée par la stabilisation des déformations de l'échantillon et du volume poreux. On impose alors une succession de débits croissants puis décroissants comme illustré sur la figure 2.4.a. Un programme d'automatisation du calcul de perméabilité a été développé sous MATLAB, afin de calculer la valeur moyenne du différentiel de pression à un débit donné et d'extraire la pente de la droite $Q/\Delta P$. Ce programme permet également de corriger les effets de salinité et de température sur la valeur de la viscosité de la saumure utilisée, en utilisant les corrélations de Kestin et al. (1981).

Lors des essais de compression en chargement continu, le débit est maintenu constant tout au long de la charge. La valeur du débit est choisie de manière à générer un différentiel de pression de l'ordre de 10% de la gamme du capteur. Cette précaution permet d'éviter un endommagement du capteur en cas de forte diminution de la perméabilité. La perméabilité peut alors être calculée en intégrant les déformations de l'échantillon.

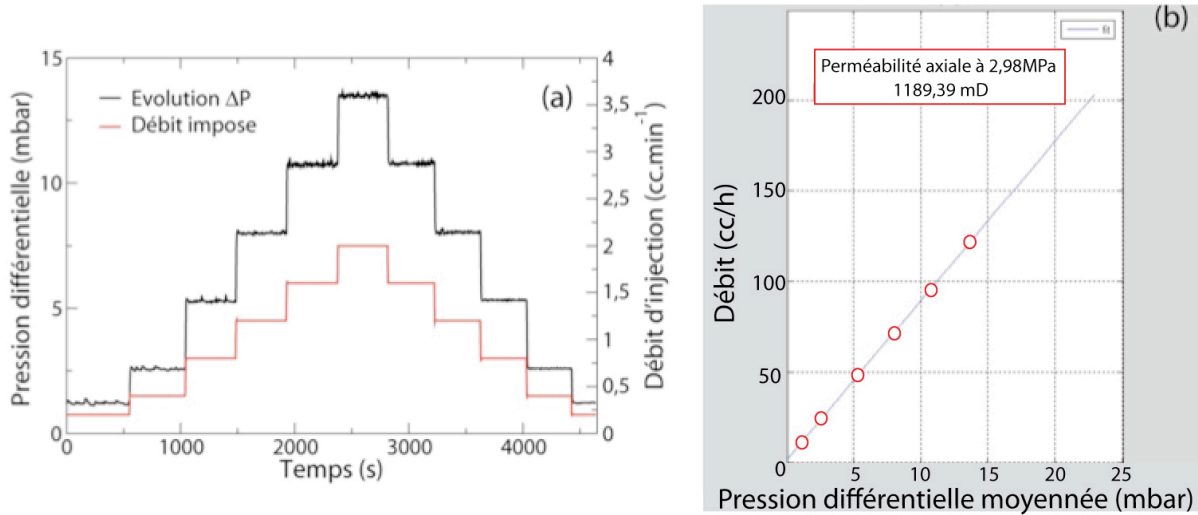


Figure 2.4 : (a) Mesure type de perméabilité par la méthode des débits constants. Exemple d'une mesure axiale sur le grès de Bentheim à 3MPa de confinement. La gamme de mesure du capteur de pression différentiel étant de $\pm 15\text{mbar}$, le débit maximum d'injection est alors de 2cc.min^{-1} . (b) Résultat du traitement automatique développé sous MATLAB, calcul de la pente de la droite $Q/\Delta P$ et calcul de la perméabilité associée à la direction de mesure considérée.

a) Mesure des perméabilités axiales ($k_{az,ML}$ et $k_{az,FL}$)

Deux méthodes sont utilisées pour mesurer les perméabilités axiales :

- La première méthode, qui est également la plus classique, consiste à mesurer le différentiel de pression directement sur les lignes d'écoulement traversant les pistons aux extrémités de l'échantillon. Elle permet ainsi de déterminer la perméabilité sur la longueur totale de l'échantillon, en utilisant la loi de Darcy :

$$k_{az,FL} = \frac{Q}{A_{ech}} \mu \frac{L_{ech}}{\Delta P_{az,FL}}, \quad (2.2)$$

avec par convention, $k_{az,FL}$ la valeur de la perméabilité mesurée sur toute la longueur de l'échantillon, Q le débit d'injection, μ la viscosité du fluide corrigée de la température, A_{ech} la section de l'échantillon corrigée des déformations radiales, L_{ech} la longueur totale de l'échantillon corrigée des déformations axiales et $\Delta P_{az,FL}$ le différentiel de pression mesuré directement sur les lignes d'écoulements.

- La seconde méthode consiste à échantillonner le différentiel de pression généré par le même écoulement, non plus sur les lignes d'écoulement, mais entre deux prises de pression 'statiques' transverses espacées d'une distance $L_{ports}=60\text{mm}$. Cette technique de mesure de la perméabilité axiale intermédiaire est similaire à celle proposée par Korsnes et al. (2006). La membrane est équipée de deux ports de pression radiaux logés dans des orifices moulés. Chacune des prises de pression est munie d'une ligne de diamètre 1/8'', directement au contact de l'échantillon. L'étanchéité du système au niveau de ces orifices est assurée par des bagues de serrages. Dans le cas d'un échantillon de longueur $L_{ech}=80\text{mm}$, les prises de pression sont situées à 10mm du haut

et du bas de l'éprouvette. On considère que ceux-ci sont situés suffisamment loin des extrémités afin de ne pas prendre en compte les effets de bord éventuellement aux voisinages des interfaces piston/échantillon. L'expression de la perméabilité axiale intermédiaire, que par convention nous noterons $k_{az,ML}$, est alors la suivante :

$$k_{az,ML} = \frac{Q}{A_{ech}} \mu \frac{L_{ports}}{\Delta P_{az,ML}}, \quad (2.3)$$

où $\Delta P_{az,ML}$ désigne la valeur du différentiel de pression mesurée entre les deux prises de pression espacées d'une distance L_{ports} de 60mm constante dans la direction axiale

b) Mesure des perméabilités radiales (k_{rx} et k_{ry})

Comme nous l'avons déjà signalé, l'une des principales innovations de cette cellule réside dans la possibilité de mesurer les perméabilités radiales par un écoulement le long du diamètre de l'échantillon. Cette mesure est rendue possible par la présence de deux paires orthogonales de diffuseurs (injecteur et récepteur) en vis à vis, dans deux plans différents espacés de 25mm. Quatre orifices ont été moulés dans la membrane de façon à placer les diffuseurs en contact direct avec l'échantillon. L'étanchéité du système est assurée par la présence de bagues de serrage de la membrane autour des diffuseurs. Les diffuseurs ont été conçus d'une part pour permettre l'injection ou la récupération de fluide sur toute leur section (diamètre 9mm) et d'autre part pour échantillonner ponctuellement le différentiel de pression de part et d'autre du diamètre de l'échantillon.

Pour réaliser l'injection/récupération, les diffuseurs sont équipés de pièces en peek, de surface concave du côté de l'échantillon pour en épouser la forme, et percées de quatre canaux. Dans un souci de répartition homogène de l'écoulement sur toute la surface du diffuseur, on place également un disque en fritté d'aluminium entre l'échantillon et le diffuseur en peek. Le diffuseur placé en amont de l'échantillon est relié à la pompe ISCO permettant l'injection dans le milieu poreux, celui placé en aval est connecté à la Back Pressure comme illustré sur la figure 2.6.

Une ligne coaxiale de diamètre 1/16'' traverse l'ensemble du diffuseur et vient au contact de l'échantillon pour échantillonner ponctuellement la pression au centre du diffuseur. Les lignes coaxiales de l'injecteur et du récupérateur sont connectées au capteur de pression différentielle.

Le calcul de la perméabilité dans le cas des écoulements radiaux nécessite l'application d'un facteur géométrique, en raison de la forme en fuseau prise par cet écoulement entre les diffuseurs. Le calcul de ce facteur correctif sera développé dans la section 2.5.

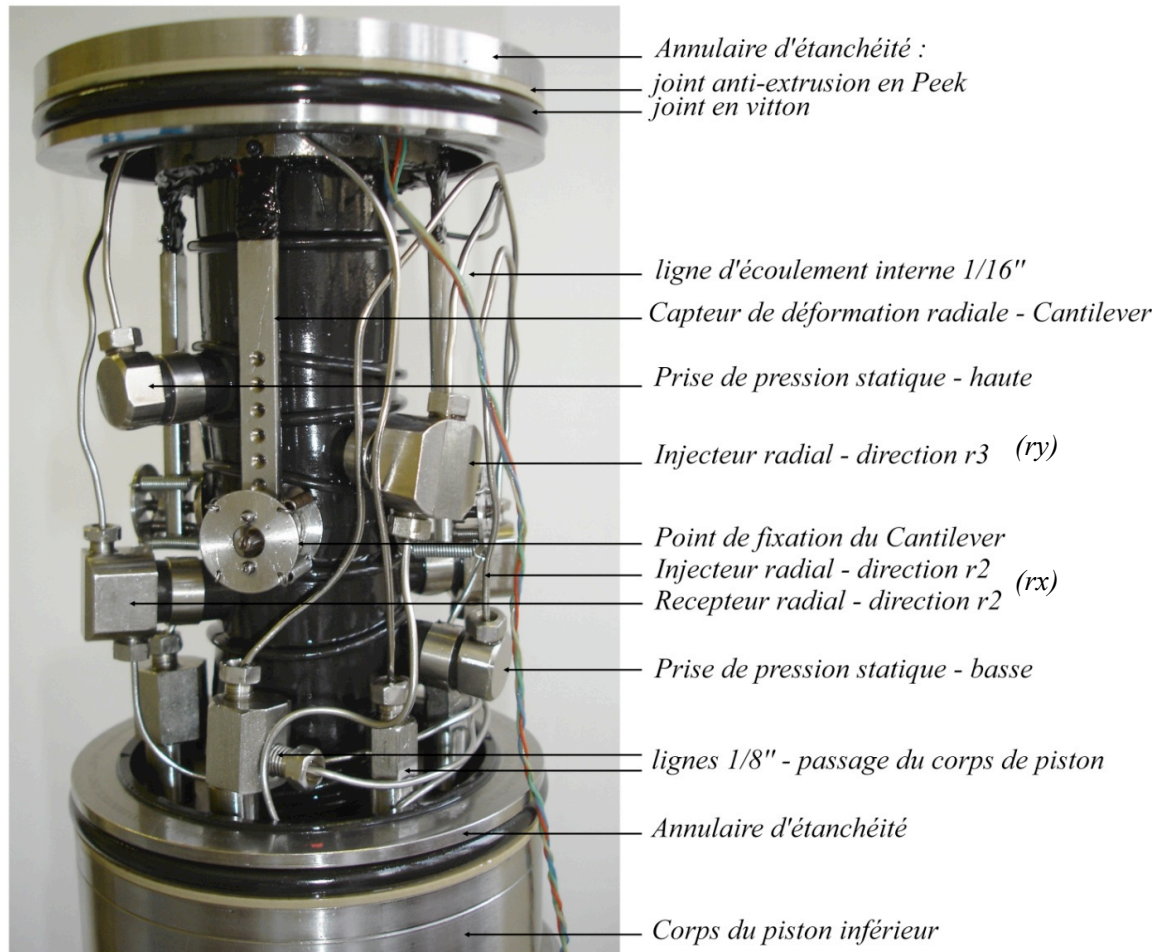


Figure 2.5 : Photographie légendée de la membrane totalement équipée.

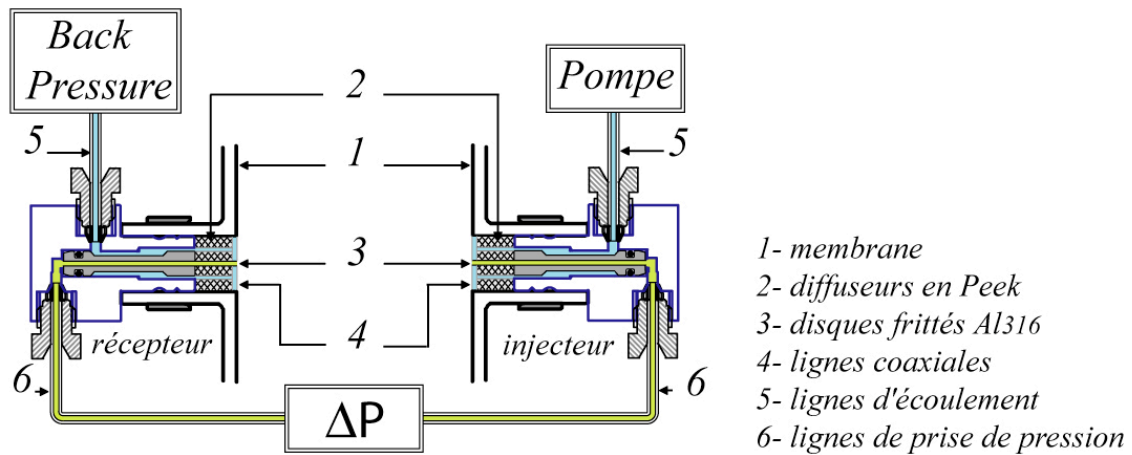


Figure 2.6 : Schéma d'un couple d'injecteur/récepteur conçus pour la mesure des perméabilités radiales. Suivant la même convention que celle de la figure 2.1, les lignes à travers lesquelles sont réalisés les écoulements sont représentées en bleu, et les lignes à travers lesquelles sont mesurées les pressions sont représentées en vert.

2.3. Mise en place de l'essai

2.3.1. Préparation des échantillons

Les échantillons cylindriques sont prélevés au moyen d'un carottier diamanté de diamètre interne $38mm$, dans des blocs orientés d'environ $30 \times 30 \times 30 cm^3$. Le prélèvement se fait dans les trois directions du bloc et l'orientation de carottage celui-ci est reportée sur chacun des cylindres. Cette précaution permet de s'assurer de la cohérence des directions de mesure de perméabilités entre les différents essais. Les extrémités de chaque échantillon sont ensuite découpées à l'aide d'une scie diamantée à double lame, en respectant une longueur d'environ $80mm$. L'utilisation de cette scie permet de s'assurer du parallélisme des faces. Les échantillons sont ensuite placés dans une étuve régulée à $60^\circ C$, pendant au minimum 72 heures.

Après séchage, les dimensions (L_{ech} et D_{ech}) et la masse sèche (m_{sec}) de l'échantillon sont mesurées. L'échantillon est alors placé dans un dessiccateur dans lequel on établit le vide pendant 3 heures. L'échantillon est mis en dépression à l'air dans le but de le saturer sous vide. On introduit alors de la saumure à $20g.l^{-1}$ de NaCl, préalablement dégazée et filtrée à $20\mu m$ dans l'enceinte jusqu'à remplissage. La masse de l'échantillon saturé (m_{sat}) est alors mesurée.

2.3.2. Mesure de la porosité initiale

La porosité est la somme de la porosité connectée (ensemble des pores reliés à l'extérieur) et de la porosité non connectée (celle qui n'est pas reliée avec l'extérieur), la technique de saturation totale de la roche permet donc de mesurer la porosité connectée. Le volume des pores accessibles sous vide (V_p) est égal au volume de fluide qui a pénétré dans l'éprouvette (V_f). Si l'on suppose la porosité fermée négligeable ou très faible, le volume des vides (V_v) est alors équivalent au volume de fluide en place. Le volume des pores saturé d'un fluide de densité ρ_f s'exprime alors:

$$V_v \approx V_f = \frac{m_f}{\rho_f} = \frac{m_{sat} - m_{sec}}{\rho_f}. \quad (2.4)$$

La porosité étant le volume des vides sur le volume total de l'échantillon, cette mesure permet d'établir la valeur de porosité φ :

$$\varphi = \frac{m_{sat} - m_{sec}}{\rho_f} \cdot \frac{1}{V_T}. \quad (2.5)$$

2.3.3. Montage de la cellule

L'échantillon est mis en place dans la membrane équipée, au contact du piston inférieur. L'espacement des lames du cantilever est réglé en tension de façon à enregistrer un signal de quelques millivolts. Cette précaution permet de s'assurer que les supports métalliques des touches sont bien au contact de l'échantillon. La partie inférieure du piston sur laquelle est maintenue la membrane peut alors être vissée sur la chambre de confinement. A ce moment, les branchements du cantilever sont connectés aux passages de cloisons électriques et les connectiques d'écoulement et de prise de pression sont montées sur les lignes traversant le corps du piston inférieur.

Après avoir placé l'annulaire d'étanchéité en haut de la membrane, permettant également de contrôler le centrage de celle-ci, le corps du piston supérieur est vissé sur la chambre de confinement. Le remplissage des chambres de confinement et du piston supérieur est assuré par une pompe à palette. Pendant la phase de remplissage, les différentes lignes du circuit de régulation du milieu poreux sont raccordées aux connectiques. Lorsque la cellule est remplie d'huile de confinement, la pompe à palette est déconnectée, et une pression hydrostatique de 3MPa est alors appliquée sur l'échantillon par l'intermédiaire de la bouteille tampon, reliée au réseau d'azote de 30MPa . L'application de cette pression est essentielle pour garantir l'étanchéité entre la membrane et l'échantillon. Les capteurs LVDT sont alors montés sur leur support, ils ne seront initialisés qu'une fois la stabilisation en température atteinte.

Le circuit du milieu poreux peut alors être saturé. La saturation des lignes en amont de la cellule, jusqu'à la Back-Pressure est réalisée sous vide. Ensuite, chacune des lignes d'écoulement et de prise de pression sortant de la cellule est successivement saturée en partant de l'extrémité inférieure de l'échantillon et en remontant progressivement jusqu'à l'extrémité supérieure. Après saturation, on augmente la pression de pore jusqu'à 1MPa .

L'étuve, les éléments chauffants et le bain thermostaté régulant la pompe d'injection du milieu poreux sont alors mis en marche à une température de consigne de 40°C . Pendant la phase de montée en température, un écoulement axial est réalisé à travers l'échantillon, afin d'évacuer d'éventuelles bulles d'air piégées dans celui-ci. Après 24 heures, temps suffisant pour atteindre l'équilibre en température du système, les capteurs LVDT sont alors initialisés et le chargement peut être lancé.

2.4. Quantification des incertitudes de mesures

2.4.1. Correction des erreurs de mesure de déformation

a) Origine des incertitudes

Comme nous l'avons vu, de par la position externe des LVDT, la valeur de la déformation axiale peut être entachée d'un certain nombre d'erreurs. Outre celles liées à la prise en compte de la déformation du dispositif, Bésuelle (1999) montre que les différentes sources d'erreur dans l'utilisation de capteurs externes résultent :

- des défauts d'alignement des pistons avec l'échantillon. Dans le cadre de notre étude, ceux-ci sont minimisés par la mise en place de l'échantillon une fois la membrane fixée sur le corps du piston inférieur. L'alignement est alors garanti par la bague d'étanchéité et la rigidité des lignes traversant le corps du piston inférieur. On place également des anneaux en caoutchouc autour de la membrane permettant d'assurer la rigidité de celle-ci et empêchant les mouvements de l'échantillon lors du montage. L'alignement du piston supérieur est également assuré par l'annulaire d'étanchéité. Enfin, on s'assure de la cohérence des mesures de chaque LVDT.
- de l'éventuel basculement de l'échantillon au cours de la charge. Cet effet devient négligeable lorsque l'on s'est assuré du parfait parallélisme des faces de l'échantillon.
- de l'irrégularité de surface entre l'échantillon et le piston. Cet effet est probablement le plus complexe à quantifier sur notre dispositif. En effet, le rainurage des pistons peut provoquer une indentation superficielle de l'échantillon à ces extrémités. Ce rainurage est toutefois nécessaire pour garantir une répartition du fluide à la sortie des lignes d'écoulement. L'impact de cette irrégularité de surface sera, néanmoins, discuté dans l'article (Dautriat et al., 2009a) consacré aux résultats expérimentaux obtenus sur les grès (voir chapitre 3)

A ce stade de l'étude, il convient de quantifier les erreurs induites par la prise en compte des déformations du dispositif et plus spécifiquement des déformations des pistons, afin de les corriger des déformations axiales mesurées sur les échantillons de roche.

b) Méthode expérimentale de quantification

Nous avons réalisé trois essais en compression uniaxiale sur des cales usinées dans des matériaux aux propriétés élastiques connues, avec certificat matière. Le tableau 2.1 synthétise les modules élastiques de chacune des cales testées. A la suite de ces essais, il est possible de calculer le module d'Young et le coefficient de Poisson de chaque matériau et de les comparer aux valeurs théoriques.

Matériau	Dimensions D x L (mm X mm)	E (GPa)	ν	ρ ($\times 10^3$ kg.m ⁻³)
TI6AL4V-5	38,1 x 80	113,8	0,24	4,42
A-U4G	38,1 x 80	74	0,33	2,79
PEEK	38,1 x 80	3,7	0,4	1,3

Tableau 2.1 : Caractéristiques des matériaux utilisés pour les cales.

Le premier essai ‘à blanc’ est réalisé sur une cale usinée dans le même alliage de titane (TI6AL4V-Gr.5) que celui utilisé pour la fabrication des pistons de la cellule triaxiale. Ceci permet donc de considérer un matériau homogène sur une longueur $L^{tot}=359mm$ couvrant la distance entre les deux capteurs LVDT. Les échantillons testés ayant une longueur L^{ech} de 80mm, la longueur correspondante aux pistons L^{piston} est de 279mm. La variation de cette longueur ΔL^{tot} enregistrée par le LVDT correspond à la somme des variations de longueur de la cale en titane ΔL^{ech} et de notre dispositif ΔL^{piston} . La correction à apporter aux mesures de la déformation axiale globale s’exprime alors pour un état de contrainte σ_a donné:

$$\Delta L^{ech} = \Delta L^{tot} - \frac{\sigma_a}{E_{Ti6Al4V-Gr.5}} \cdot L^{piston} . \quad (2.6)$$

Il s’agit ensuite de vérifier la validité de cette correction sur les deux autres cales, dont on peut également déterminer les déformations théoriques à partir des modules élastiques.

c) Résultats des essais sur cale

Comme le montre la figure 2.7., une correction basée sur la variation de longueur théorique de la colonne pistons/cale ne permet pas de rendre compte des effets de déformation inélastique en début de chargement et de déformation annexe du dispositif. Cette correction peut alors être affinée en considérant que la variation de longueur associée aux pistons correspond à 73% de la déformation globale. La correction permettant de rendre compte des effets inélastiques s’exprime donc :

$$\Delta l_a^{piston} = 5,91 \cdot 10^{-3} \cdot \sigma_a - 9,78 \cdot 10^{-5} \cdot \sigma_a^2 + 1,81 \cdot 10^{-6} \cdot \sigma_a^3 - 1,32 \cdot 10^{-8} \cdot \sigma_a^4 , \quad (2.7)$$

avec ΔL_{piston} (en mm) et σ_a (en MPa).

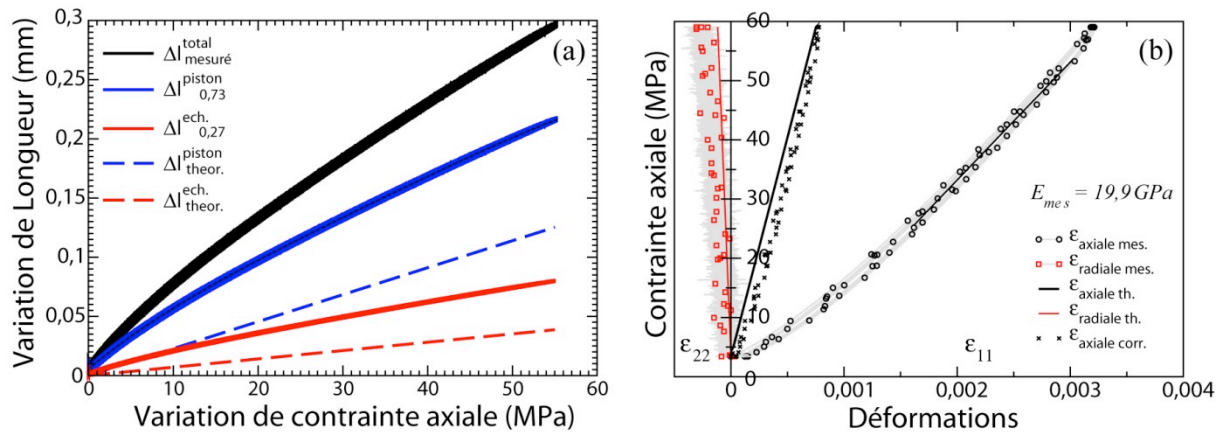


Figure 2.7 : (a) Détermination de la correction des déformations axiales du dispositif par confrontation des valeurs mesurées aux valeurs théoriques à partir d'un essai sur la cale **Ti6AL4V-5**. (b) Déformations axiales et radiales mesurées sur la cale en alliage de Titane, et correction des valeurs des déformations axiales des pistons.

La correction à apporter à la mesure de déformation radiale, liée aux enregistrements des déformations de la membrane et de l'échantillon, est difficile à quantifier par cette procédure. Comme le montre la figure 2.7.b, la réponse du cantilever est extrêmement bruitée. L'amplitude des fluctuations enregistrées est de $\pm 0,025 \text{ mV}$, correspondant à une erreur sur la mesure de l'écartement des lames de l'ordre de $10 \mu\text{m}$. Compte tenu de la rigidité de ce matériau, les déformations radiales induites par une charge axiale sont très faibles et difficilement mesurables.

La figure 2.8. présente les déformations mesurées sur les deux autres cales étalon. Le module d'Young calculé à partir de la réponse des LVDT pour la cale A-U4G est fortement sous-estimé. La correction des déformations axiales permet néanmoins de retrouver des valeurs de déformations axiales cohérentes avec les valeurs théoriques. Cependant, la correction appliquée aux variations de longueur de la cale en Peek est moins satisfaisante. En effet, la valeur du module d'Young calculée avant d'appliquer la correction ($3,7 \text{ GPa}$) est en bon accord avec la valeur théorique pour ce matériau. L'application de la correction entraîne donc une légère sous-estimation du raccourcissement de l'échantillon. Ce résultat montre donc qu'il est possible de s'affranchir de la correction des déformations du piston dans le cas de matériaux de faible module d'Young (quelques GPa), les déformations du dispositif deviennent alors négligeables devant celles de l'échantillon.

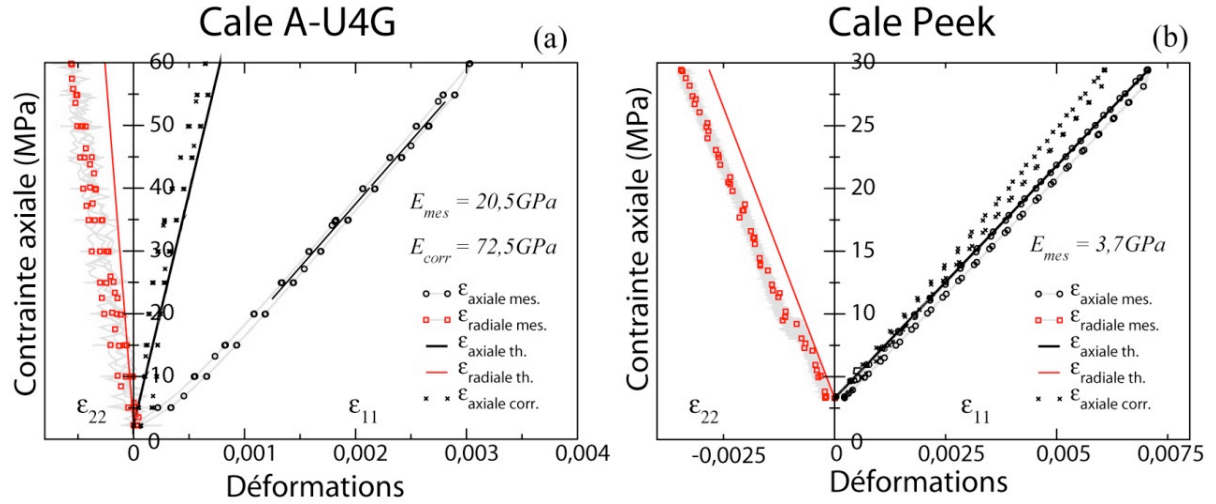


Figure 2.8 : Déformations axiales et radiales mesurées sur les cales en alliage A-U4G (a) et en Peek (b). Les déformations axiales mesurées sont présentées avec et sans corrections des déformations du piston

Bien que les mesures de déformations radiales de la cale A-U4G soient encore une fois fortement bruitées, celles mesurées sur la cale en peek montrent une évolution cohérente avec les déformations théoriques déterminées à partir du coefficient de Poisson. A partir de cette mesure sur le peek, nous pouvons chercher à majorer les erreurs sur la mesure de la déformation radiale liées aux déformations de la membrane. Cette erreur liée à la variation d'épaisseur de la membrane $\Delta e^{membrane}$ n'est autre que la différence entre la mesure du cantilever ΔD_a^{tot} et la dilatation théorique de l'échantillon de peek de diamètre D^{ech} , et s'exprime comme :

$$\Delta e_a^{membrane} = \Delta D_a^{tot} - \frac{\nu_{peek} \sigma_a}{E_{peek}} \cdot D^{ech}. \quad (2.7)$$

Les variations d'épaisseur de la membrane sont de l'ordre de $0,1\mu m.MPa^{-1}$. Compte tenu des limites de notre dispositif, cette correction des variations d'épaisseur de la membrane ne devrait donc pas excéder $5\mu m$ en charge maximale, cette correction ne semble donc pas critique sur les évolutions de déformations radiales mesurables sur les matériaux géologiques.

2.4.2. Incertitudes sur les mesures de perméabilité

Afin de répondre aux critères de certification qualité ISO 9001:14001, une procédure de calcul des incertitudes de mesures a été mise en œuvre au sein du département Ingénierie de Réservoir de l'IFP. Dans le cadre des mesures de perméabilité, elle repose sur la prise en compte des erreurs associées aux instruments de mesure et également associées aux fluctuations de mesures. L'ensemble de ces incertitudes est pris en compte dans le calcul de la loi de Darcy exprimée sous la forme suivante :

$$k(mD) = 1013 \frac{\mu(cP) \cdot L(cm)}{S(cm^2)} \cdot a(cm^3 / h \cdot mbar), \quad (2.8)$$

avec a la pente de la droite issue de régression $Q=a\Delta P+b$.

Les valeurs moyennes des variables de l'expression 2.8 et leurs incertitudes associées sont synthétisées dans le tableau 2.2. Les incertitudes associées aux dimensions de l'échantillon sont liées à celle des instruments de mesure (pied à coulisse, répétabilité utilisateur). La viscosité de la saumure étant calculée par les corrélations de Kestin et al. (1981), son incertitude est principalement dépendante de la température. Les fluctuations de température enregistrées sont dépendantes de la précision relativement faible des thermocouples ($\pm 1^\circ C$) et peuvent induire une incertitude systématique de 2,5% sur la valeur de viscosité.

Mesure	$k_{az,FL}$		$k_{az,ML}$		k_r	
	Moyenne	Incertitude	Moyenne	Incertitude	Moyenne	Incertitude
Diamètre (mm)	38	$\pm 0,1$	38	$\pm 0,1$	9	$\pm 0,1$
Section (mm ²)	1238	$\pm 6,2$	1238	$\pm 6,2$	63	$\pm 1,4$
Longueur (mm)	80	$\pm 0,1$	60	$\pm 0,1$	38	$\pm 0,1$
Viscosité (cP)	0,674	$\pm 0,015$	0,674	$\pm 0,015$	0,674	$\pm 0,015$

Tableau 2.2 : Valeur moyenne et incertitudes absolues associées aux variables intégrées dans le calcul des perméabilités directionnelles.

Néanmoins, la plus forte source d'incertitude sur le calcul des perméabilités provient de la détermination de la pente a et est essentiellement liée à des fluctuations du différentiel de pression. Cette incertitude u est la somme quadratique des composantes liées à la régression linéaire et s'exprime de la manière suivante :

$$u_a = \sqrt{a^2 \left(\left(\frac{uQ}{Q} \right)^2 + \left(\frac{u\Delta P}{\Delta P} \right)^2 \right) + u_{réga}^2 + \hat{e}_{sys}}, \quad (2.9)$$

avec $u_{réga}$ l'incertitude liée à la régression linéaire et \hat{e}_{sys} l'erreur systématique liée à l'offset de la pente.

L'incertitude sur la valeur du débit Q peut être considérée comme constante d'une expérience à l'autre, l'erreur associée à une éventuelle fuite de la pompe étant négligeable devant l'erreur du constructeur (1%). En revanche, l'incertitude sur la valeur du ΔP dépend de la stabilité du dispositif pour une mesure et un débit donnés. Elle peut être liée à la présence de bulles d'air résiduelles ou à

l'instabilité des écoulements aux points d'injections. Ces fluctuations sont généralement beaucoup plus importantes dans le cas des écoulements radiaux pour lesquels les conditions d'écoulement au passage des disques frittés peuvent évoluer en cours de mesure. Les fluctuations sur cette valeur doivent donc être intégrées pour chaque mesure. La valeur de l'incertitude exprimée dans l'équation (2.9) est minimisée en moyennant la mesure du différentiel de pression sur une durée suffisante.

L'expression de l'incertitude totale sur chaque mesure de perméabilité peut donc être exprimée selon la relation suivante :

$$u_K^2 = (1013)^2 * \left(\left(\frac{L \cdot a}{S} \right)^2 u_\mu^2 + \left(\frac{\mu \cdot a}{S} \right)^2 u_L^2 + \left(\frac{\mu \cdot L \cdot a}{S^2} \right)^2 u_s^2 + \left(\frac{\mu \cdot L}{S} \right)^2 u_a^2 \right). \quad (2.10)$$

A cette incertitude sur le calcul de la perméabilité s'ajoute, dans le cas des perméabilités radiales, l'incertitude liée à la correction de la géométrie des écoulements générés selon le diamètre de l'échantillon, introduite dans la section suivante. Nous verrons que cette erreur est difficile à prendre en compte dans l'incertitude globale pour les perméabilités radiales, néanmoins, elle doit rester présente à l'esprit lors de l'interprétation des mesures.

Lorsque nous considérons les mesures comme exploitables, c'est à dire lorsque les fluctuations du différentiel de pression ne sont pas trop importantes, l'erreur sur les mesures de perméabilités axiales ($k_{az,Fl}$ et $k_{az,ML}$) varie de 2 à 7%, alors que celle sur les mesures de perméabilités radiales est toujours un peu plus forte et généralement comprise entre 10 et 15%.

2.5. Post-traitement numérique des données de perméabilités radiales

2.5.1. Etat de l'art

a) Ecoulement bidimensionnel

Collins (1951) soulève le problème que posent les mesures de perméabilités transverses à l'axe d'une carotte de forage pétrolier. En formulant l'hypothèse que l'anisotropie de perméabilité est uniquement liée à la présence d'un litage dans l'échantillon, il considère que les lignes d'écoulement à travers l'échantillon s'orientent uniquement selon ce litage, ce qui lui permet de ramener le problème à un écoulement bidimensionnel. Dans ce modèle, les injecteurs/récepteurs ont un angle d'ouverture 2α . Il résout le problème en réalisant une transformation conforme de Schwarz Christoffel du demi-plan de la section de la carotte (cf. figure 2.9.a.) et en substituant les termes de la loi de Darcy par une fonction potentielle. Il définit ainsi un facteur géométrique $G_{Collins}^{2D}$ pour le calcul de perméabilité :

$$G_{Collins}^{2D} = \frac{A}{A'}, \quad (2.11)$$

avec A et A' les intégrales elliptiques du premier ordre de modules respectifs $\sin(\alpha)$ et $\cos(\alpha)$.

Il calcule alors le facteur géométrique en fonction de l'angle d'ouverture pour l'injection de fluide 2α , comme l'illustre la figure 2.9.

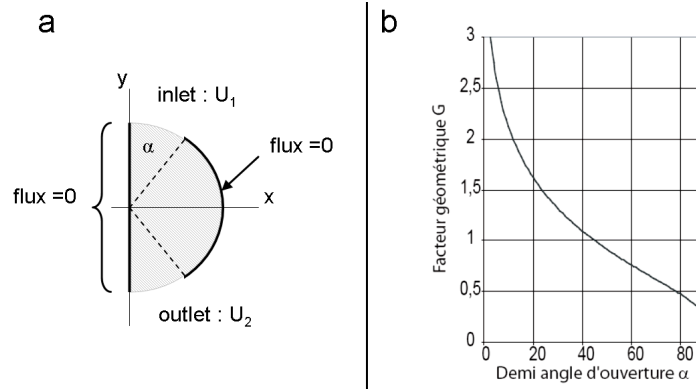


Figure 2.9 : (a) Géométrie du problème 2D résolu par Collins (1951). (b) Evolution du facteur $G_{Collins}$ en fonction de l'angle de demi ouverture α .

b) Ecoulement tridimensionnel

Dans un article plus récent, Bai et al. (2002) proposent de calculer ce facteur géométrique en réalisant une simulation numérique des écoulements radiaux pour une géométrie tridimensionnelle similaire à celle de notre dispositif. Dans cet article, les auteurs mettent en avant l'intérêt du développement d'outils de simulation des écoulements dans un échantillon macroscopique, afin de prendre en compte les hétérogénéités de la roche étudiée. Comme le montre la figure 2.10, lorsqu'un échantillon supposé homogène isotrope est soumis à une injection transverse, les lignes d'écoulement vont prendre une forme ellipsoïdale. La loi de Darcy étant définie pour un cylindre, celle-ci n'est pas directement applicable pour ce type d'écoulement. Il est donc nécessaire par l'introduction d'un facteur géométrique de corriger la section effective de l'écoulement A_n , afin de le ramener à un écoulement cylindrique idéal de section A_a correspondant à la surface de l'injecteur.

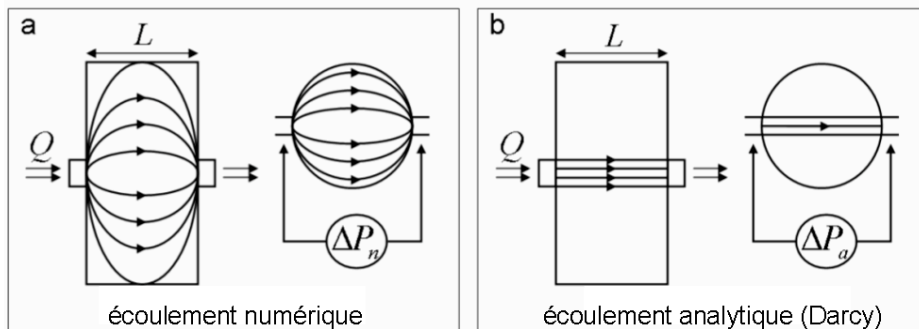


Figure 2.10 : Géométrie des écoulements transverse dans le problème posé par Bai et al. (2002). (a) Ecoulement ellipsoïdal calculé numériquement et (b) écoulement cylindrique équivalent au sens de Darcy.

Les auteurs définissent respectivement les relations de Darcy dans le cas expérimental et théorique de la façon suivante (les indices n et a correspondent respectivement à l'écoulement numérique ou réel et à l'écoulement analytique de type Poiseuille cylindrique) :

$$Q_n = A_n \frac{k_n}{\mu} \frac{\Delta P_n}{L}, \quad (2.12)$$

$$\text{et } Q_a = A_a \frac{k_a}{\mu} \frac{\Delta P_a}{L}. \quad (2.13)$$

A partir de ces expressions, ils dérivent un facteur géométrique qui n'est lié qu'à la forme de l'échantillon, dans le cas isotrope. En posant $Q_n=Q_a$ (conditions d'injections) et $k_n=k_a$ (considération du même milieu) , le facteur géométrique est donc défini comme :

$$G = \frac{A_a}{A_n} = \frac{\Delta P_n}{\Delta P_a}. \quad (2.14)$$

2.5.2. Facteur géométrique pour un milieu homogène de perméabilité isotrope

Par une modélisation en éléments finis réalisée au moyen du logiciel Comsol Multiphysics, nous avons recalculé un facteur géométrique correspondant à notre dispositif expérimental. Le modèle prend en compte la position des diffuseurs radiaux sur l'échantillon (cf. figure 2.5.). Nous recalculons le différentiel de pression pour un cylindre transverse de longueur égale au diamètre de l'échantillon et de diamètre correspondant à celui de nos diffuseurs. En faisant varier le diamètre des diffuseurs, on peut comparer le facteur G 3D aux résultats obtenus par Collins dans le cas d'un écoulement 2D. Ce calcul intègre également l'effet de la variation de rayon des diffuseurs sur le facteur G et peut être comparé aux résultats obtenus par Collins dans le cas d'une géométrie plane (cf. figure 2.11.).

Le facteur géométrique calculé pour notre dispositif expérimental, au sens de Collins est $G=5,5$. Nous définissons dans la suite de notre étude, notre facteur G au sens de Collins. De part, la géométrie d'injection du diffuseur, une incertitude persiste tout de même pour la valeur de ce facteur (cf. figure 2.11.). Nous faisons donc l'hypothèse qu'en passant à travers le disque fritté placé entre le diffuseur et l'échantillon, le flux se répartit de façon homogène et nous considérons que la surface réelle d'injection correspond à celle du diffuseur. Le facteur calculé par Collins et celui calculé pour notre dispositif montrent des évolutions semblables. Pour de faibles angles d'ouverture, le facteur géométrique devient grand et les lignes d'écoulements divergent alors fortement de la géométrie du modèle de Darcy.

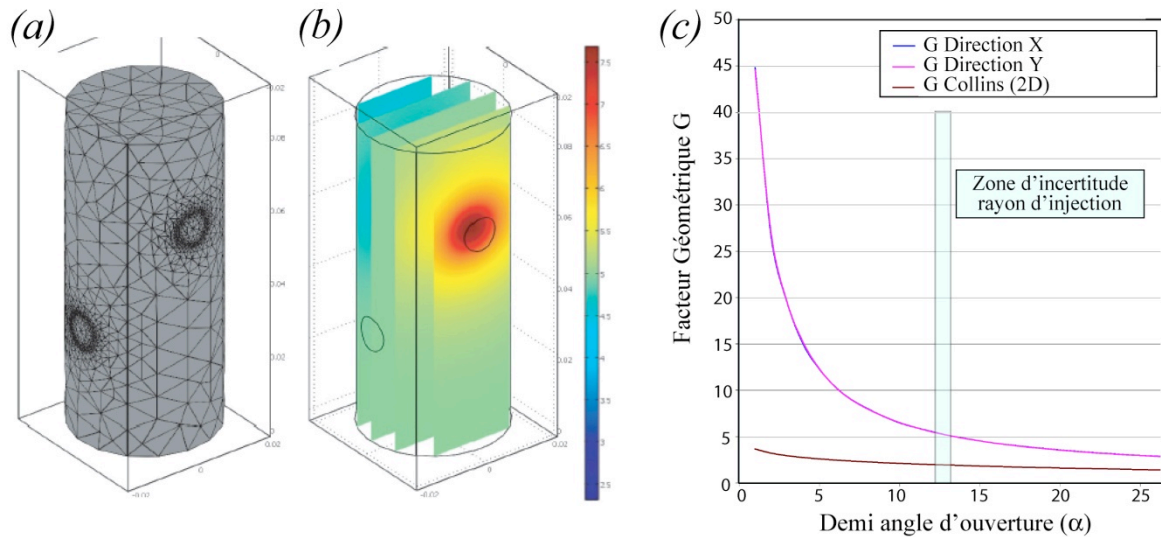


Figure 2.11 : Calcul du facteur géométrique par la modélisation en Éléments Finis. (a) Construction et maillage du modèle. (b) Visualisation du champ de pression à travers l'échantillon pour un écoulement radial dans la direction 2. (c) Evolution du facteur G en fonction de l'angle d'ouverture du diffuseur

2.5.3. Facteur géométrique pour un milieu homogène de perméabilité anisotrope

La détermination de l'impact de l'anisotropie de perméabilité sur le facteur géométrique peut s'avérer critique dans le cas de nos expériences. Il est donc nécessaire de quantifier celui-ci par la méthode décrite dans la section précédente.

Malgré les nombreuses techniques de caractérisation pétrophysique mise en œuvre dans cette étude et détaillées dans la section 2.7., on ne peut pas quantifier convenablement l'anisotropie de perméabilité des matériaux géologiques testés à l'état initial (sains). Nous verrons par ailleurs dans la section suivante (2.6.3.), que la méthode d'inversion des données acquises via notre dispositif se heurte à des limites expérimentales ne permettant pas de calculer l'intégralité des composantes du tenseur de perméabilité. Il faut à présent estimer dans quelle mesure le facteur géométrique calculé dans le cas homogène isotrope reste applicable dans le cas d'un matériau anisotrope.

La dépendance du facteur géométrique au rapport d'anisotropie est présentée dans la figure 2.12. Dans cet exemple, le milieu porte une isotropie transverse avec $k_{rx}=k_{ry} \neq k_{az}$. Comme le montre clairement cette figure, le facteur géométrique reste approximativement égal à la valeur définie dans le cas isotrope ($G=5,5$) tant que l'anisotropie n'excède pas 10 à 20%.

Pour toutes nos expériences de compression, nous avons donc considéré un facteur G constant et égal à 5,5.

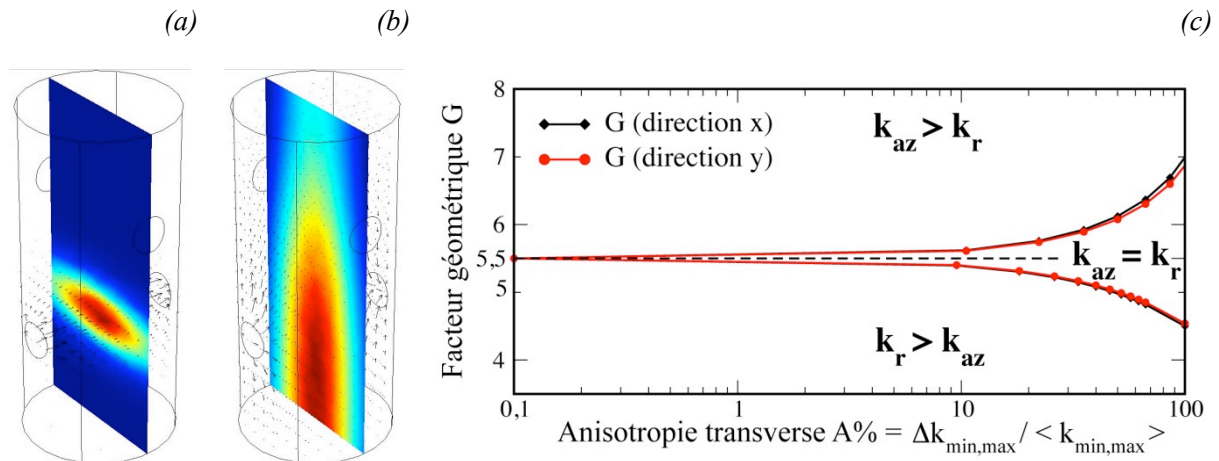


Figure 2.12 : Géométrie du champ de pression généré par un écoulement radial au sein d'un échantillon homogène d'anisotropie transverse: (a) $k_r = 10k_{az}$, (b) $k_r = 0,1k_{az}$. (c) Evolution du facteur géométrique G en fonction de l'anisotropie transverse.

2.6. Limites du dispositif

2.6.1. Charge maximale accessible

Initialement développé pour l'étude de matériaux peu consolidés, l'une des limites du dispositif résulte des limites en charge axiale applicable sur les échantillons $80kN$. Cette limite rend par exemple impossible la caractérisation du comportement hydromécanique des matériaux au delà du régime élastique. Sur les grès bien consolidés, cette étude est donc limitée au régime de déformation pseudo-élastique, ou bien à l'étude des évolutions de perméabilité directionnelle lors de la rupture fragile de l'échantillon. A titre d'exemple, nous représentons dans la figure 2.13., le domaine de pression accessible avec notre dispositif en comparaison avec l'enveloppe de rupture du grès de Bentheim (Klein et al., 2001). La faible charge axiale accessible est donc un facteur limitant dans le choix des matériaux d'étude, pour lesquels on cherchera à rendre compte de l'impact des mécanismes de déformations cataclastiques sur les évolutions de perméabilités directionnelles. Notre choix s'orientera donc sur des matériaux de moindre résistance, tel que des carbonates poreux ou peu indurés ou des grès peu consolidés.

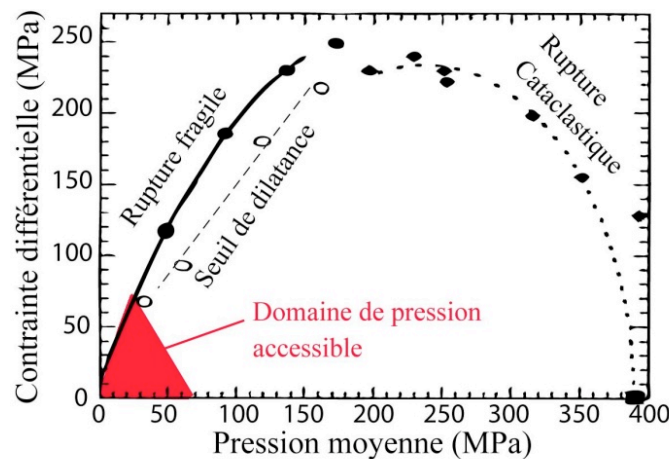


Figure 2.13 : Enveloppe de rupture du grès de Bentheim déterminée par Klein et al. (2001). La zone rouge définit le domaine de pression accessible avec notre dispositif expérimental.

2.6.2. Asservissement

Lors de la rupture d'un échantillon de roche, la libération d'énergie élastique emmagasinée par la machine d'essai peut induire une violente désintégration de celui-ci. En conséquence, l'emploi de machine d'essai conventionnelle ne permet pas de contrôler la rupture de l'échantillon. Ce contrôle de la rupture, après le pic de contraintes, est pourtant une condition nécessaire à la caractérisation post-mortem des micromécanismes de déformation pouvant avoir un impact sur les propriétés de transport.

L'utilisation d'une machine de grande rigidité permet en premier lieu d'amortir la relaxation brutale de l'énergie élastique emmagasinée au cours du chargement (Cook 1965, Hudson et al. 1971). Le contrôle de la rupture peut également être optimisé par le choix d'un paramètre d'asservissement pertinent, dont le signal est sensible à la propagation de la fracture. Le déplacement dans la phase post-pic peut par exemple être asservi par les déformations radiales (Ouffroukh, 2004), le taux de déformation volumique inélastique (Sano et al. 1982), ou par l'enregistrement des événements d'émission acoustique (méthode décrite par Terada et al. 1984, cité par Thompson et al. 2006)

Comme nous l'avons vu, les pressions axiales et de confinement sont régulées directement à partir des deux pompes ISCO 65D indépendantes. Elles permettent la régulation, la lecture et l'enregistrement rapide des pressions et des variations de volume d'huile, par l'intermédiaire d'un contrôleur. Par défaut, ces pompes sont asservies par un capteur de déformation interne. Dans notre configuration actuelle, celles-ci ne sont pas asservies par d'autres capteurs externes, comme par exemple les jauges de déformation. Les essais en chargement continu sont par conséquent pilotés à taux de pression constant (et non à taux de déformation constant). Lorsque le chemin de chargement induit une rupture en régime fragile d'un échantillon, l'avancement du piston ne peut être bloqué instantanément. Il nécessite l'intervention de l'expérimentateur, qui doit reprogrammer rapidement les pompes pour atteindre une pression d'équilibre hydrostatique. De plus, lorsque l'échantillon rompt, la

pompe tend à injecter un débit d'huile beaucoup plus important dans la chambre du piston pour compenser la chute de pression. Le piston tend alors à avancer rapidement et à endommager significativement l'échantillon. Cette limitation dans le choix du paramètre d'asservissement peut donc s'avérer critique pour l'observation des modifications microstructurales mises en place lors de la localisation de l'endommagement. Deux exemples de rupture non contrôlées sont présentés sur la figure 2.14.

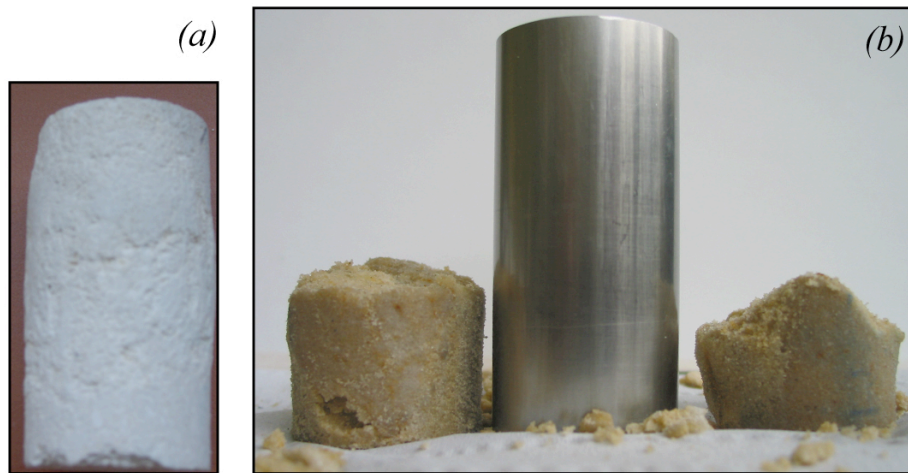


Figure 2.14 : Photographies d'échantillons de carbonate d'Estailades (a) et de grès de Bentheim (b) endommagés en régime fragile sans contrôle de la déformation. Le cylindre au centre sur de la photographie (b) correspond à la cale étalon en Titane et permet de rendre compte de l'écrasement et de la forte dilatation affectant l'échantillon présenté sur la photographie (a) (L'échelle entre les deux images est respectée).

2.6.3. Détermination du tenseur d'anisotropie de perméabilité

En plus de rendre compte de l'évolution des perméabilités directionnelles, l'un des objectifs initiaux du développement de l'outil expérimental MSC était de calculer les composantes du tenseur de perméabilité et d'en quantifier les évolutions au cours du chargement. Nous avons donc réalisé une modélisation de nos expériences par un calcul aux éléments finis couplé à une inversion de données synthétiques afin de déterminer les composantes de ce tenseur.

a) Etat de l'art

Définir le tenseur de perméabilité d'un échantillon macroscopique est essentiel en ingénierie de réservoir ou en hydrogéologie. Il est en effet nécessaire pour le traitement des données expérimentales, de connaître l'orientation des axes du tenseur de perméabilité par rapport à l'axe de carottage d'un échantillon, et ce, afin de déterminer quel type de structure à l'échelle microscopique contrôlent les écoulements. Si l'équation de Darcy est définie dans le cas d'un matériau anisotrope, son expression sous forme différentielle s'écrit de la façon suivante :

$$Q_i = -\frac{k_{ij}}{\eta} A \frac{\partial P}{\partial x_j}. \quad (2.15)$$

La perméabilité est alors représentée par un tenseur symétrique d'ordre 2, le débit et le gradient de pression étant alors des vecteurs. Si les directions d'écoulements sont ramenées dans les directions des axes principaux du tenseur, celui-ci s'écrit donc :

$$k_{O_{xyz}} = \begin{pmatrix} k_{\max} & 0 & 0 \\ 0 & k_{\text{int}} & 0 \\ 0 & 0 & k_{\min} \end{pmatrix}. \quad (2.16)$$

Si en première approximation le tenseur de perméabilité tend à être orienté selon le litage d'un échantillon, conférant à la roche un caractère anisotrope dans les axes de ce litage, ceci n'est pas vérifié dans le cas de matériaux microfissurés. La détermination des axes principaux du tenseur reste donc essentielle dans le cas d'une anisotropie structurale indépendante des axes de carottage. La détermination des composantes de ce tenseur est toutefois difficile à réaliser expérimentalement comme le révèle un certain nombre d'études.

- Bieber et al. (1996) et plus récemment Clavaud et al. (2008) se proposent par exemple d'injecter un traceur au sein d'un échantillon. La forme du front d'avancement du traceur est suivie par tomographie RX. Une méthode d'inversion leur permet de déterminer le tenseur de perméabilité équivalent. Cette technique nécessite néanmoins un dispositif expérimental lourd et repose sur une méthode statique pour laquelle l'échantillon ne peut pas être sollicité en contrainte.
- Bernabé (1992) fait varier les conditions d'entrée et de sortie afin de générer des écoulements diagonaux sur un échantillon de forme cubique (voir figure 2.15.). Une méthode d'inversion de type "essai-erreur" lui permet de définir le tenseur de perméabilité équivalent. Donnant des résultats satisfaisant pour des cas numériques, cette méthode peut donner des erreurs de l'ordre de 20% expérimentalement. Cette méthode est basée sur un échantillon de forme cubique, ce qui permet de définir des chemins d'écoulement récurrents entre différentes mesures.

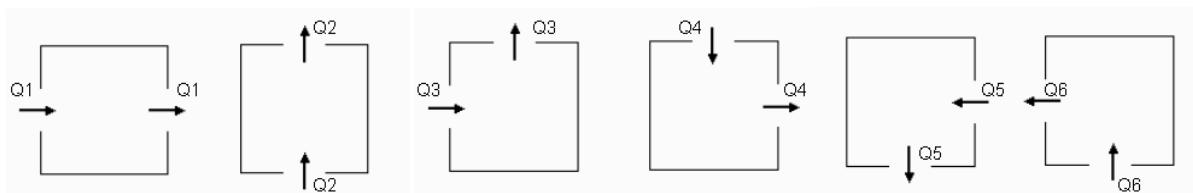


Figure 2.15 : Directions d'écoulements investiguées par la modification des conditions limites (Bernabé 1992)

- Renard et al. (2001) proposent une nouvelle méthode expérimentale pour caractériser le tenseur de perméabilité. Elle consiste à mesurer les gradients de pressions locaux et les vitesses moyennes de filtration au cours d'un écoulement en régime permanent. Une méthode d'inversion permet alors de déduire le tenseur complet de perméabilité. Cette méthode validée

numériquement, nécessite la mise en place d'un dispositif expérimental complexe, et peut conduire à des erreurs significatives.

- Plus récemment, Kfoury (2004) se propose de déterminer le tenseur de perméabilité, en mesurant le différentiel de pression transverse résultant d'un écoulement dans l'axe de la carotte. Par l'introduction d'un nouveau paramètre déterminé numériquement, il réalise l'inversion du tenseur de perméabilité. Toutefois, cette méthode nécessite l'utilisation de trois échantillons perpendiculaires pour déterminer chaque composante du gradient de pression transverse à l'écoulement axial. La méthode même de mesure de ce gradient de pression est délicate et conduit à des erreurs significatives.

Ces méthodes offrent des résultats satisfaisant numériquement, mais les limites d'application de ces méthodes aux données expérimentales montrent qu'aucun consensus n'est actuellement établi pour déterminer expérimentalement avec précision les termes du tenseur de perméabilité sur un échantillon de roche anisotrope.

b) Schéma d'inversion testé

Pour notre part nous disposons d'un outil expérimental permettant de générer des écoulements transverses. Par modifications des conditions limites, selon une méthodologie voisine de celle de Bernabé (1992), nous pouvons imposer des écoulements complexes (injection par le piston et récupération par l'un des injecteurs radiaux. La configuration de notre dispositif permet ainsi d'effectuer trois écoulements selon chacun des axes (avec mesures des différents gradients de pression colinéaires et transverses), et un certain nombre d'écoulements complexes.

Nous proposons donc de définir un tenseur initial quelconque. En imposant des gradients de pression aux limites, la résolution en éléments finis donne les valeurs de débits correspondant à ce tenseur suivant chaque direction de mesure. Le facteur correctif à apporter sur chacun des termes du tenseur n'est autre que le rapport entre le débit mesuré dans la direction investiguée et le débit vrai. Par itérations successives, l'objectif est donc de faire converger les termes du tenseur recalculé vers les termes du tenseur 'expérimental', selon le schéma présenté dans la figure 2.16.

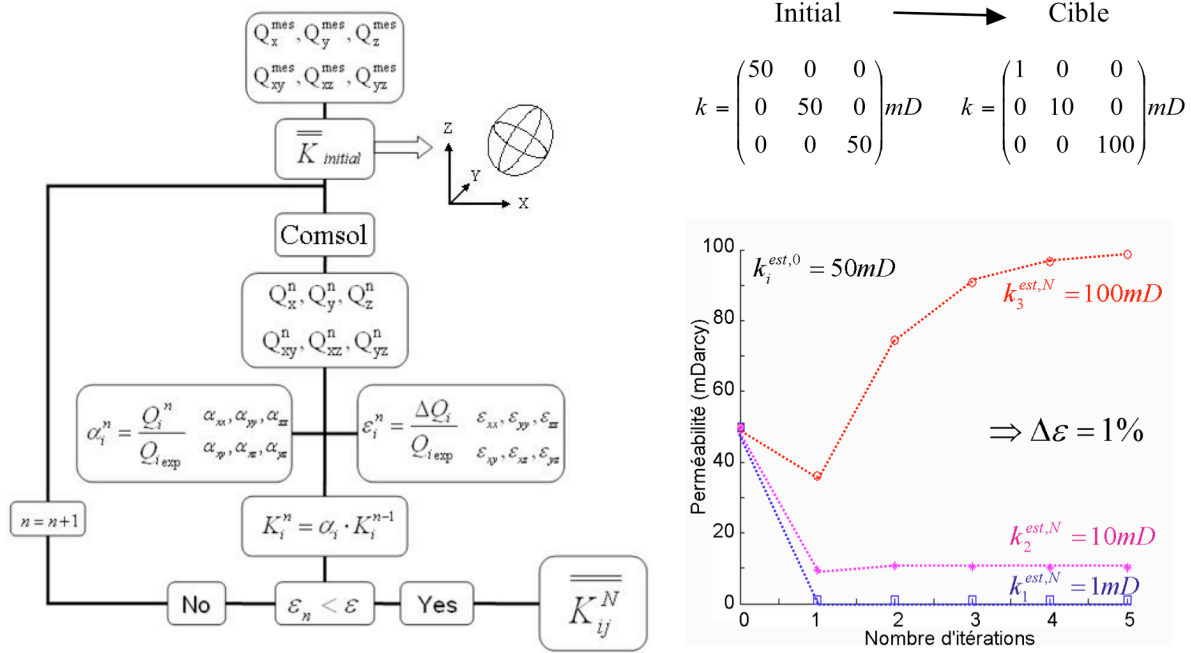


Figure 2.16 : Schéma d'inversion testé afin de déterminer les composantes de tenseur de perméabilité et exemple de convergence de l'inversion testé sur un tenseur de perméabilité diagonal.

c) Limitation expérimentale liée à la géométrie du modèle

L'intérêt de cette approche, pour laquelle tous les termes du tenseur sont couplés, est de s'affranchir du calcul d'un facteur géométrique pour chaque écoulement. Ce protocole d'inversion a été validé dans le cas :

- d'un problème bidimensionnel (tenseur 2D) orienté indépendamment des axes du repère (X et Y).
- d'un problème tridimensionnel (tenseur 3D) dont les axes principaux sont confondus avec les directions d'injection (X, Y et Z), pour lequel on obtient une convergence rapide de l'inversion numérique (voir figure 2.16.)

Néanmoins, la généralisation du protocole d'inversion au cas d'un tenseur de perméabilité orienté de façon quelconque par rapport aux axes du repère n'est pas possible en considérant la géométrie actuelle du problème. En effet, dans ce cas, la limite du calcul résulte de la prise en compte de l'anisotropie de forme de l'échantillon d'une part et de celle des écoulements d'autre part. Le protocole d'inversion mis en œuvre par Bernabé (1992) repose sur la considération d'une géométrie cubique de l'échantillon. Par conséquent, les 15 écoulements réalisables couvrent l'intégralité du volume de l'échantillon.

Une limite importante de notre dispositif de mesure résulte du fait que les deux paires de diffuseurs radiaux ne sont pas coplanaires, mais sont décalés de 25mm dans la direction d'allongement de l'échantillon (voir illustration du modèle figure 2.11).

De plus, la géométrie du problème résolu par Bernabé est plus régulière, car celui-ci considère une surface d'injection identique sur toutes les faces. L'écoulement entre deux de ces surfaces est donc bien contraint. Dans notre modèle, les écoulements transverses sont générés entre la surface de l'échantillon au contact du piston et celle de l'un des diffuseurs, et sont par conséquent trop complexes.

Nous avons vérifié expérimentalement sur le grès de Fontainebleau et de Bentheim, qu'il était possible de mesurer le gradient de pression perpendiculaire à un écoulement axial comme le propose Kfoury (2004). Toutefois, dans le cas du grès de Fontainebleau, il n'est pas aisé d'effectuer des corrélations entre plusieurs carottes de par leur variabilité de porosité (voir section 3.1). Nous avons tout de même accès grâce à ce type de mesure aux termes non diagonaux du tenseur défini pour un écoulement dans la direction d'allongement de l'échantillon, présenté sur la figure 2.17. L'intégration de cette mesure dans le protocole d'inversion permet d'implémenter les termes k_{xz} et k_{yz} dans le tenseur initial sans par la suite faire varier ces valeurs. Il reste néanmoins délicat de faire converger la valeur k_{xy} en conservant les propriétés d'un tenseur défini par un ellipsoïde.

Faute de temps, il ne nous a pas été possible de vérifier la cohérence de ce type de mesures sur des échantillons homogènes prélevés orthogonalement, par exemple le grès de Bentheim. Il serait alors intéressant de vérifier que la méthode proposée par KFoury peut être appliquée dans le cas d'un matériau homogène, celle-ci n'ayant pas encore été testée sur des échantillons naturels.

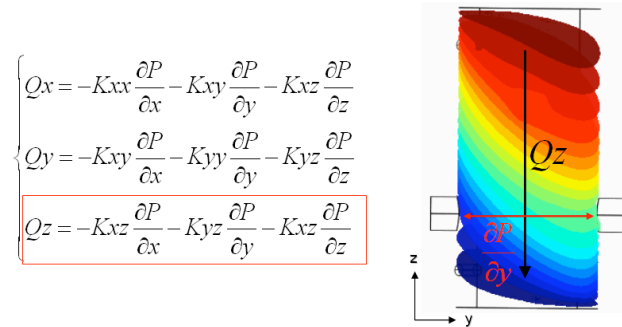


Figure 2.17 : Mesure du gradient de pression transverse généré par un écoulement axial (en z) au sein d'un échantillon de perméabilité isotrope transverse (KFoury, 2004)

2.7. Méthodologie de caractérisation pétrophysique

2.7.1. Mesure de porosité par la méthode d'expansion du gaz

Cette technique est mise en œuvre en complément des mesures de porosité par saturation totale exposé dans la section 2.3.2. sur des échantillons de plus petites tailles ou des chutes de carottage. Cette technique est largement répandue dans la caractérisation pétrophysique de carotte de roches (Monicard, 1981). La mesure sur les échantillons est réalisée en deux étapes : la première consiste à mesurer le volume solide V_s par la méthode d'expansion à l'hélium et la seconde consiste à mesurer le volume total V_t par un pycnomètre à poudre. L'ensemble de la méthodologie est présenté dans la figure 2.18. A la suite de ces deux procédures, la porosité de l'échantillon s'exprime alors sous la forme:

$$\varphi = \frac{V_t - V_s}{V_t}. \quad (2.17)$$

a) Mesure du volume solide

Le montage utilisé à l'IFP est constitué de deux chambres C1 et C2 de volume respectif V_1 et V_2 . L'échantillon ou les fragments d'échantillons préalablement séchés sont introduit dans la chambre C2. La vanne de communication entre les deux chambres étant fermée, une pression P_1 est appliquée dans la chambre C1 et la chambre C2 est maintenue à pression atmosphérique. Les deux chambres sont alors mises en communication. La méthode repose sur la mesure de la pression à l'équilibre P_2 . Le volume solide V_s peut alors être déterminé à partir de la loi des gaz parfaits:

$$P_1 V_1 + P_{atm}(V_2 - V_s) = P_2 V_1 + P_2(V_2 - V_s), \quad (2.18)$$

d'où,

$$V_s = V_2 - V_1 \cdot \frac{P_1 - P_2}{P_2 - P_{atm}}. \quad (2.19)$$

b) Mesure du volume total

Le principe du pycnomètre à poudre repose sur l'utilisation d'une poudre fine qui épouse la forme d'un échantillon. Un test à blanc est réalisé en introduisant une quantité de poudre dans un cylindre calibré. Ce cylindre est équipé d'un piston motorisé et d'un système de positionnement permettant d'en définir précisément la course. En appliquant une certaine force sur la poudre, le volume précis de celle-ci est déterminé à partir de la course du piston. Le même test est réalisé en

plaçant le même volume de poudre et l'échantillon dans le cylindre, afin d'en déterminer le volume total V_t .

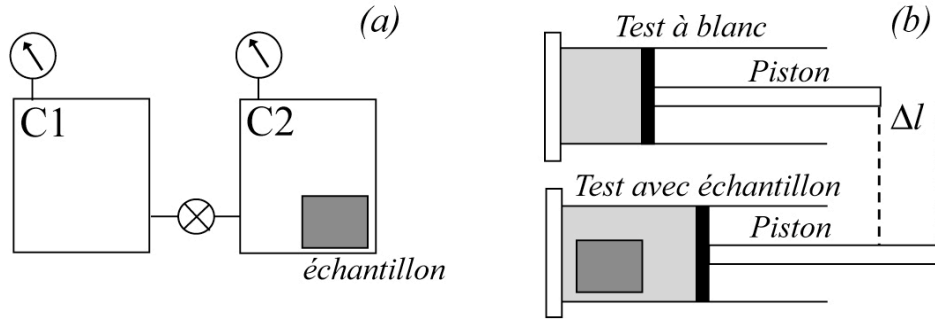


Figure 2.18 : Principe de la mesure de porosité hélium. (a) Détermination du volume solide. (b) Principe du pycnomètre à poudre

2.7.2. Porosimétrie par intrusion de mercure.

a) Mesure des rayons d'accès aux pores

Cette technique couramment utilisée dans le cadre de la caractérisation pétrophysique permet la détermination de la courbe de pression capillaire (P_{Hg}) en fonction de l'état de saturation en mercure S_{Hg} d'un échantillon. De plus, elle permet de tirer des informations sur la structure du milieu poreux et plus spécifiquement sur la taille des seuils de pores, longueur caractéristique fondamentale pour la modélisation des perméabilités au sein d'un réseau de pores. Le principe de la technique repose sur l'application d'une pression sur du mercure, fluide non mouillant, afin de lui permettre d'envahir des pores via les restrictions (seuils). En assimilant les pores à des canaux cylindriques, la loi de Laplace permet de déterminer le rayon d'accès au pore r , pour une pression P appliquée sur le mercure :

$$P = \frac{(2\sigma \cdot \cos \theta)}{r}, \quad (2.20)$$

avec la tension superficielle du mercure $\sigma = 0,484 N.m^{-1}$ et l'angle de mouillabilité du mercure sur la surface solide $\theta = 141^\circ$.

La méthode consiste à faire le vide dans un échantillon de petite taille, et d'injecter progressivement le mercure par augmentation successive de la pression de 6.10^{-4} à $400 MPa$. Le volume de mercure injecté est ainsi mesuré pour chaque palier de pression. Selon l'équation de Laplace (2.20), l'augmentation progressive de la pression permet de remplir de mercure les pores de rayon d'accès de plus en plus petits. A partir de cet essai, on détermine donc le volume poreux total et la distribution des rayons d'accès aux pores. Ces mesures de porosimétrie mercure sont réalisées à l'IFP sur un appareil Micromeritics Autopore IV.

b) Estimation de la perméabilité à partir des courbes de pression capillaire

Un certain nombre de modèles empiriques (Thomeer 1960, Swanson 1981) ou basés sur la théorie de la percolation (Katz et Thompson 1986, Kamath 1992) permettent de déterminer la perméabilité moyenne d'échantillons, à partir de la forme de leur courbe de pression capillaire. Pour plus de détails sur les différents modèles, le lecteur pourra se reporter à la thèse d'Egermann (2003). Durant sa thèse, Egermann a réalisé un programme d'automatisation permettant de calculer la perméabilité de l'échantillon testé à partir des courbes P_{Hg} incluant les différents modèles, synthétisés dans le tableau 2.3.

Modèle	Expression de k	Variables
Thomer	$k = 3.8060 \cdot G^{-1,334} \left[\frac{V_{b\infty}}{P_d} \right]^2$	G : Facteur de forme de la courbe P_{Hg} $V_{b\infty}$: Volume occupé par le mercure (%) extrapolé à saturation infinie P_d : Pression de déplacement extrapolée à saturation nulle
Swanson	$k = 355 \cdot \left[\frac{V_b}{P_c} \right]_A^{2,005}$	$\left[\frac{V_b}{P_c} \right]_A$: Maximum sur la courbe P_{Hg} correspondant à la fin du régime de percolation. (tout le réseau poreux est alors connecté)
Kamath	$k = 413 \cdot L_{\max}^{1,85}$ si $k < 1 \text{ mD}$	$L_{\max} = \frac{\varphi \lambda (100 - S_r)}{P_d (1 + \lambda)^{\frac{1}{\lambda} + 1}}$ Paramétrisation de la courbe de pression capillaire P_{Hg} Selon Brooks et Corey (1966)
Kamath	$k = 347 \cdot L_{\max}^{1,60}$ si $k > 1 \text{ mD}$	λ : Exposant traduisant la forme de la courbe P_{Hg} S_r : Saturation résiduelle occupée par le fluide mouillant (vapeur de mercure)

Tableau 2.3 : Synthèse des modèles de détermination de la perméabilité à partir de la courbe de pression capillaire (D'après Egermann 2003)

2.7.3. Tomodensitométrie par rayon X

a) Tomographie RX sur scanner médical

Cette technique est couramment utilisée dans de nombreux domaines en géologie et tout particulièrement en ingénierie de réservoir. Son utilisation a commencé dans les années 1980 afin de caractériser des carottes de gisement pétrolier (Honarpour et al. 1986). Cette technique est également largement utilisée pour caractériser les déformations macroscopiques sous compression in-situ (Siddiqui et al., 2008), la visualisation des états de saturation de milieu poreux (Auzerais et al. 1996) ou le suivi de traceur par imbibition capillaire (Clavaud et al. 2008, David et al. 2008). Une revue détaillée des différentes applications aux matériaux géologiques est fournie par Mees et al. (2003)

Dans le cadre de notre étude, cette technique présente l'intérêt de rendre compte des tailles caractéristiques d'hétérogénéités en présence à l'échelle de l'échantillon macroscopique. En effet, la densité radiologique est fonction de la composition minéralogique, du volume poreux et de l'état de saturation en fluide (Raynaud et al. 1989). Dans le cas de l'étude de matériaux secs et de même composition minéralogique, les cartes de densité renseignent donc sur les hétérogénéités de porosité au sein d'un échantillon. L'échantillon étant placé sur une table coulissante autour duquel tourne l'ensemble faisceau/récepteur, on peut ainsi obtenir le profil de porosité d'un échantillon par section de 0,5 à 1mm d'épaisseur selon son axe d'allongement.

b) Principe physique de la méthode

Le principe de la tomographie est d'obtenir une succession de projections en 2D ou profil d'atténuation à différents angles d'observation (figure 2.19.). Le jeu d'images 2D obtenues peut alors être réorganisé et transformé dans le volume 3D de l'échantillon par des algorithmes de reconstruction.

Le coefficient d'atténuation linéique est dépendant de la densité ρ du corps traversé, de son numéro atomique Z et de l'énergie du rayon incident E . Il s'exprime dans le cas d'un corps composé de i phases :

$$\mu = \rho \sum_i (f_i \mu_{mi}), \quad (2.21)$$

avec f_i la fraction massique de l'élément i et μ_{mi} l'atténuation massique de cet élément.

Cette valeur de coefficient d'atténuation linéique est obtenue pour chaque ligne de mesure correspondant à chaque position du faisceau. De par la rotation et la translation du faisceau, on obtient suffisamment de valeurs de coefficient d'atténuation linéique pour résoudre les valeurs du coefficient massique de chaque élément. La résolution du scanner médical disponible à l'IFP permet une reconstruction de chaque coupe sur une matrice de 512x512pixels, soit une résolution au pixel de $90\mu m$. L'espacement entre chaque coupe est de $1mm$.

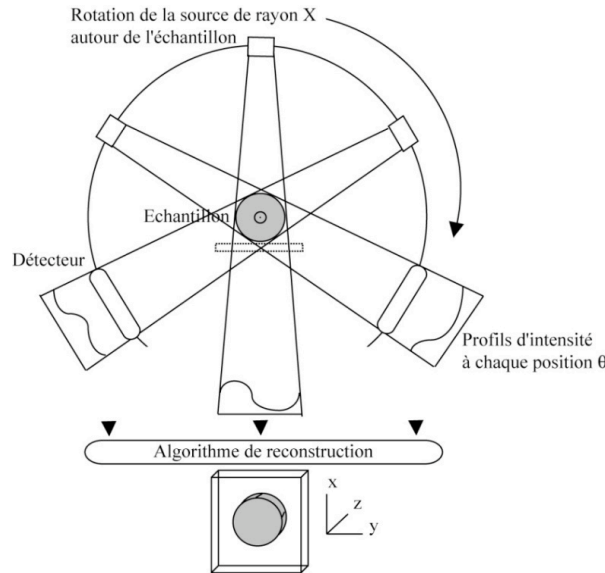


Figure 2.19 : Principe de la tomodensitométrie assistée par ordinateur (d'après Wellington et Vinegar 1987)

c) Détermination des profils de porosité

Les profils de porosité peuvent être obtenus à partir des profils de densité radiologique. La densité radiologique (CT) exprimée en unité d'Hounsfield (UH) est définie par la relation suivante :

$$CT = \alpha \frac{\mu_{(E)} - \mu_{H_2O(E)}}{\mu_{H_2O(E)}} - K \quad (2.22)$$

Elle est généralement présentée sur une échelle standard bornée par les valeurs d'atténuation de l'air (-1000 UH) et de l'eau (0 UH). Les valeurs de CT mesurée sur les matériaux géologiques sont trop importantes pour être représentée sur une telle échelle. Raynaud et al. (1989) utilise une échelle modifiée (UHM) pour obtenir une visualisation optimale sur des grès.

Par exemple, Géraud et al. (2002) exprime la densité radiologique CT (en unités Hounsfield modifiée (UHM)) d'un échantillon poreux, constitué d'une seule phase minéralogique, comme:

$$CT = 400 \frac{(\mu_m (1 - \varphi_{Scan}) \rho_s)_{(E)} - \mu_{H_2O(E)}}{\mu_{H_2O(E)}} - 600 \quad (2.23)$$

Avec ρ_s la densité gravimétrique de la phase solide, φ_{Scan} , la porosité mesurée au scanner, μ_{H_2O} le coefficient d'atténuation de l'eau. Les valeurs $\alpha=400$ et $K=600$ sont les variables d'ajustement de l'échelle de densité radiologique.

La procédure mise en place à l'IFP repose sur l'estimation de la porosité d'un échantillon à partir de courbes de calibration, reliant, pour un diamètre d'échantillon donné et une composition minéralogique connue, l'atténuation par section à la porosité. Une comparaison des échantillons avant

et après déformation permettra entre autre d'identifier les zones dans lesquelles structures et porosité peuvent être plus fortement affectée.

2.7.4. Analyse structurale tridimensionnelle par microtomographie RX

a) Microtomographie RX

La microtomographie RX repose sur le même principe que la tomographie scanner. La grande différence réside dans la résolution spatiale atteinte par ce type de technique. Le microtomographe de laboratoire acquis par le département Ingénierie de Réservoir de l'IFP est un modèle Nanotom développé par la compagnie PHOENIX X-RAY. La source de rayon X est générée par l'impact d'un faisceau d'électrons focalisé à travers un tube sur une fine cible en tungstène. A la différence de la tomographie réalisée sur scanner médical, c'est l'échantillon qui est mis en rotation pour acquérir les coupes et non pas l'ensemble source/détecteur. Le tube, d'une tension accélératrice maximale de 180kV et une puissance de 15W génère un faisceau de rayon X en forme de cône qui couvre l'intégralité du détecteur digital de 2304x2304 pixels. L'avantage de l'utilisation d'un faisceau conique résulte de l'agrandissement des projections 2D de l'échantillon, qui permet d'augmenter la résolution. Il permet de travailler avec des tailles de faisceau variant entre 1 et 5mm. Les spécificités de ce dispositif permettent de descendre à une résolution de $3\mu m^3$ par voxel, pour des échantillons cylindriques de 5mm de diamètre. Cette technique permet donc d'obtenir une image très fine de l'organisation structurale d'un échantillon à petite échelle.

b) Reconstruction tridimensionnelle

Chaque acquisition génère 1800 projections 2D codées en 12 bits. La reconstruction est basée sur un algorithme de Feldkamp, spécifique de l'acquisition par faisceau conique. Les effets de durcissement de faisceau sont limités dans un premier temps lors de l'acquisition par la mise en place un filtre en cuivre et sont éliminés par correction mathématique lors de la reconstruction. De plus afin d'obtenir un volume parfaitement exploitable, il est souvent nécessaire de corriger les images des phénomènes de 'ring artefacts'. Ceux-ci sont générés lors de l'utilisation du système aux limites de ses capacités pour obtenir la meilleure résolution possible. Ils sont liés principalement aux défauts des éléments du capteur et peuvent être éliminés semi-manuellement lors de la reconstruction.

Les reconstructions sont réalisées en 16bits, et permettent au maximum de résolution, d'obtenir des volumes de 1000x1000x500voxels. En règle générale, deux volumes de cette taille sont reconstruits et ensuite concaténés, pour générer un volume total de 1000^3 voxels.

2.7.5. Anisotropie des vitesses acoustiques des ondes P (AVP)

La méthode utilisée pour caractériser l'anisotropie des vitesses acoustiques des matériaux d'études est celle développée par Louis et al. (2003). Elle repose sur la mesure des temps de vols d'ondes P selon plusieurs diamètres dans trois échantillons cylindriques prélevés perpendiculairement et orientés selon les axes d'un bloc de référence. Les échantillons ont une dimension de $22,5\text{mm}$ de long et 25mm de diamètre.

Ces mesures ont été réalisées au sein du Laboratoire de « Pétrophysique et Tectonique des Bassins » de l'Université de Cergy-Pontoise. Le dispositif expérimental est constitué d'un générateur d'impulsions électriques (100-900V) et de haute fréquence (1MHz), d'une paire de capteurs ultrasoniques pour ondes P et d'un oscilloscope numérique (figure 2.20.). Les capteurs ultrasoniques sont des capteurs piézoélectriques, c'est-à-dire qu'en réponse à une impulsion électrique le capteur se déforme longitudinalement, générant ainsi une onde acoustique qui va se propager à travers l'échantillon, pour être reçue par le second capteur et transmise sous forme d'un signal électrique à l'oscilloscope. On peut ainsi lire directement le temps de parcours de l'onde à travers l'échantillon. Le temps réel de propagation de l'onde est obtenu en retranchant un temps inhérent à la traversée des deux capteurs et aux pastilles « tampon » placées entre ceux-ci et l'échantillon afin d'améliorer la transmission de l'onde à l'interface ($\Delta t_c = 2,16\text{ }\mu\text{s}$).

Les mesures sont réalisées sur le diamètre des échantillons, tous les $22,5^\circ$, ce qui permet d'avoir une image satisfaisante de la variation des temps d'arrivée de l'onde P dans les trois plans. Cette mesure est répétée trois fois sur chacun des échantillons afin de vérifier leur cohérence et de moyenner les temps d'arrivée dans chaque direction. La perpendicularité des échantillons permet d'avoir deux mesures redondantes sur deux échantillons différents, condition nécessaire au recalage des données comme le montre la figure 2.21.

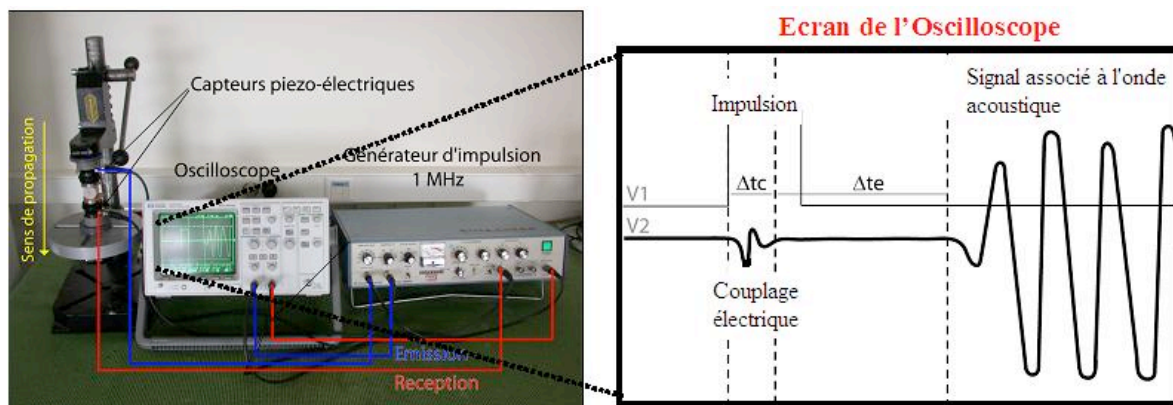


Figure 2.20 : Dispositif de mesures des vitesses acoustiques du laboratoire 'Pétrophysique et Tectonique des Bassins' de l'Université de Cergy-Pontoise et principe du pointage du temps de vol de l'onde acoustique.

La procédure d'inversion utilisée a été développée par Louis et al. (2003). Elle repose sur l'hypothèse que le tenseur d'anisotropie de vitesse peut être ramené à un tenseur symétrique d'ordre

2. Elle permet de déterminer les valeurs propres et les vecteurs propres du tenseur d'anisotropie de V_p . A chacun des vecteurs propres est liée une incertitude, provenant de l'erreur faite sur la mesure et de la répartition spatiale des directions d'observation (Louis et al. 2004). Cette incertitude se traduit pour un axe donné, par la dispersion angulaire dans la direction des deux autres axes principaux sur une sphère de référence. (Hext 1963 ; Tauxe 1998 cités par Louis et al., 2003). Classiquement, les directions principales du tenseur sont présentées en projection stéréographique avec leurs ellipses de confiance. Le paramètre de quantification de l'anisotropie $A\%$ correspond à l'écart relatif entre les valeurs propres maximale et minimale du tenseur ($V_{p_{max}}$ et $V_{p_{min}}$). Le paramètre d'anisotropie des vitesses d'onde P s'exprime donc comme:

$$A\% = \frac{2 \cdot (V_{p_{max}} - V_{p_{min}})}{V_{p_{max}} + V_{p_{min}}} \times 100 \quad (2.24)$$

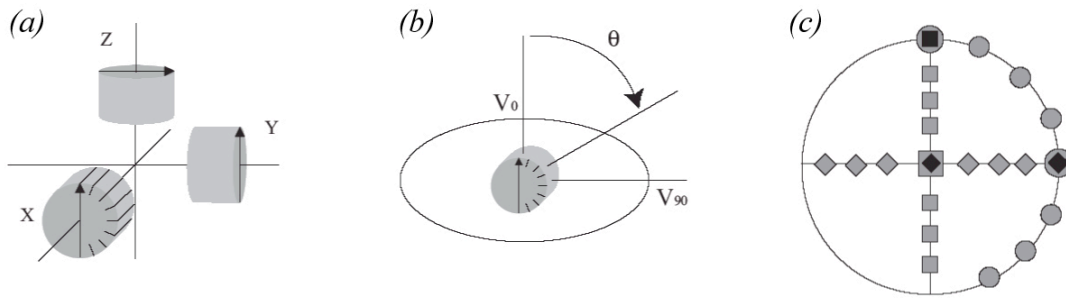


Figure 2.21 : (a) orientation des trois échantillons prélevés pour la mesure (b) Mesure des 8 temps de vol selon le diamètre de chaque échantillon (b) représentation stéréographique des 24 mesures réalisées et mise en évidence des 3 directions de mesure redondante (Louis et al. 2003)

La vitesse des ondes acoustiques dépend des paramètres structuraux de la roche, de sa composition minéralogique, de sa porosité et de sa teneur en fluide. L'anisotropie mesurée est donc liée à une orientation préférentielle des grains (Sayers, 1994) et/ou des contacts intergranulaires, d'un allongement préférentiel de la porosité et/ou de la présence de microfissures. Les mesures sont réalisées aux états sec et saturé en eau, afin d'identifier le poids de chacun des paramètres dans l'anisotropie de vitesse. La vitesse moyenne de l'onde à travers la roche intègre la vitesse dans les grains ($6060m.s^{-1}$ dans le quartz et $6650m.s^{-1}$ dans la calcite) et dans les pores ($1500m.s^{-1}$ dans l'eau et $340m.s^{-1}$ dans l'air). La vitesse de l'onde va donc être plus importante dans les échantillons saturés. En revanche, l'anisotropie liée à la forme de la porosité va être diminuée, donnant ainsi plus de poids à la contribution de la matrice solide.

CHAPITRE 3

Comportement hydromécanique des grès de Fontainebleau et de Bentheim

Le choix des matériaux d'étude a été motivé selon deux lignes directrices. La calibration et la mise à l'épreuve de la cellule de mesure sous contraintes a orienté les premières études vers des matériaux structurellement simples et dont les évolutions de propriétés sous contraintes avaient été largement discutées dans la littérature. Les matériaux géologiques les plus à même de répondre à ces critères sont naturellement les grès 'propres' (non ou peu argileux). Nous avons donc choisi dans un premier temps de focaliser notre étude expérimentale sur le grès de Fontainebleau, et ce, afin de discuter de la pertinence des évolutions de perméabilités mesurées par leur confrontation avec les modèles développés sur ce grès. Néanmoins, comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, les limites en pression du dispositif ne permettent d'étudier les évolutions de perméabilité de ce grès qu'en régime de déformation élastique. Un deuxième type de grès, le grès de Bentheim, présentant une structure et une composition minéralogique simples mais de porosité plus importante, a également été étudié. L'utilisation de ce grès plus faiblement consolidé a été motivée par sa plus faible résistance à la rupture en condition de chargement uniaxial. Nous avons ainsi souhaité mettre à profit les spécificités de la cellule pour rendre compte de l'influence de la rupture fragile sur les perméabilités directionnelles. Ce chapitre s'articule autour de trois parties :

- *Une rapide présentation des caractéristiques des matériaux.*
- *Une caractérisation du comportement hydromécanique de ces grès permettant de vérifier la cohérence des mesures de déformations mesurées par notre dispositif.*
- *La présentation des évolutions de perméabilités directionnelles sous chargement hydrostatique et uniaxial par l'article 'Axial and radial permeability evolutions of compressed sandstones : End effects and shear band induced permeability anisotropy' accepté (sous réserve de modifications mineures) dans le journal Pure and Applied Geophysics.*

SOMMAIRE

3.1. Matériaux	75
3.1.1. Le grès de Fontainebleau	75
3.1.2. Le grès de Bentheim	77
3.2. Propriétés mécaniques.....	81
3.2.1. Définition des paramètres mécaniques et poroélastiques.	81
3.2.2. Propriétés mécaniques du grès de Fontainebleau	83
3.2.3. Propriétés mécaniques du grès de Bentheim	85
3.3. Evolution des perméabilités directionnelles des grès sous contraintes	87
- PUBLICATION 1 -	
Axial and Radial Permeability Evolutions of Compressed Sandstones	87

3.1. Matériaux

3.1.1. Le grès de Fontainebleau

Le grès de Fontainebleau est depuis longtemps utilisé en mécanique des roches en raison de sa composition minéralogique très simple. En effet, celui-ci est constitué à plus de 99% de grains de quartz et ne contient pas d'argiles. Il est constitué de grains de granulométrie particulièrement homogène, la taille de grains moyenne est d'environ $250\mu\text{m}$. La cohésion du matériau est assurée par un ciment siliceux, mis en place lors de circulations de fluides interstitiels au cours de la diagénèse. Les grains présentent des faces relativement régulières. Cette régularité est issue d'importantes silifications secondaires des grains et une croissance cristalline limitée aux grains voisins. Les contacts entre les grains se font donc en règle générale le long de ces faces. Le grès de Fontainebleau présente une large gamme de porosité comprise entre quelques pourcents et environ 30%. Ces fortes fluctuations de porosité sont l'héritage de circulations de fluides spatialement hétérogènes.

Comme le révèle l'analyse microstructurale illustrée par la figure 3.1, la porosité des échantillons de grès de Fontainebleau utilisés dans cette étude se concentre dans l'espace intergranulaire. Les tailles de pores sont de l'ordre de 100 à $200\mu\text{m}$. La connectivité entre ces pores situés aux jonctions multiples de grains est assurée par un réseau de moindre envergure, qui s'établit le long de jonctions triples et de joints de grains. En particulier, les joints de grains présentent une topographie et des ouvertures de l'ordre de quelques microns. Ces ouvertures peuvent jouer un rôle majeur pour l'écoulement. Leur faible taille est inférieure à la limite de résolution de l'imagerie microtomographique.

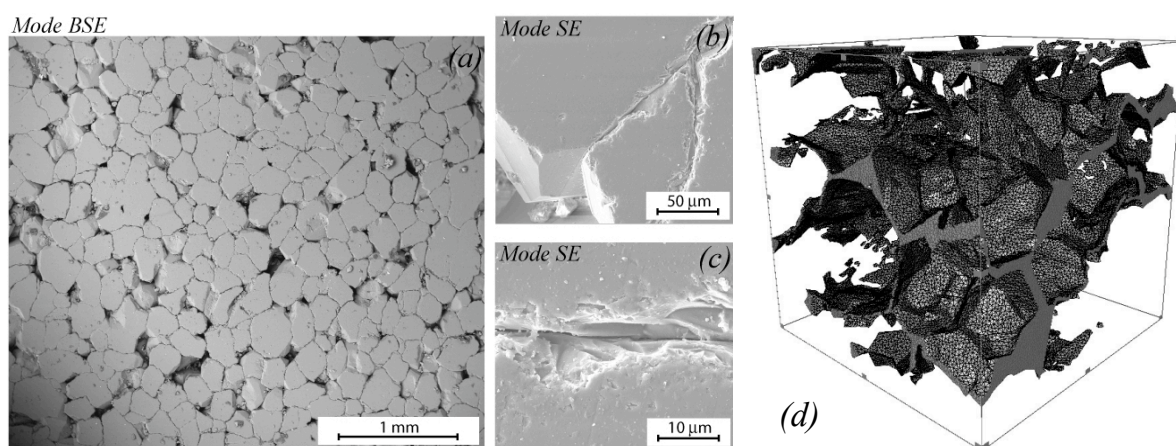


Figure 3.1 : Images MEB du grès de Fontainebleau (a) Structure globale du grès, le contraste de joints de grains est renforcé par l'utilisation du mode BSE. (b) et (c) Structure des joints de grains. (d) Structure de la porosité 3D obtenue à partir de la microtomographie RX.

Initialement, nous ne disposions que de peu de matériau pour ce grès. Nous avons travaillé sur une barre de dimension $\sim 40 \times 10 \times 10 \text{ cm}^3$ fournie par la carothèque de l'IFP, limitant l'échantillonnage nécessaire aux techniques exposées précédemment. Trois carottes aux dimensions requises pour les essais de perméabilité sous contrainte, et un cylindre de 5 mm de diamètre pour l'analyse microtomographique ont été prélevés au sein de cette barre. La porosité Hélium a été mesurée sur deux chutes de carottage, ainsi que sur l'échantillon analysé en microtomographie. Les porosités mesurées par saturation totale des échantillons macroscopiques, porosimétrie Hélium et porosimétrie Mercure sont synthétisées dans la figure 3.2.

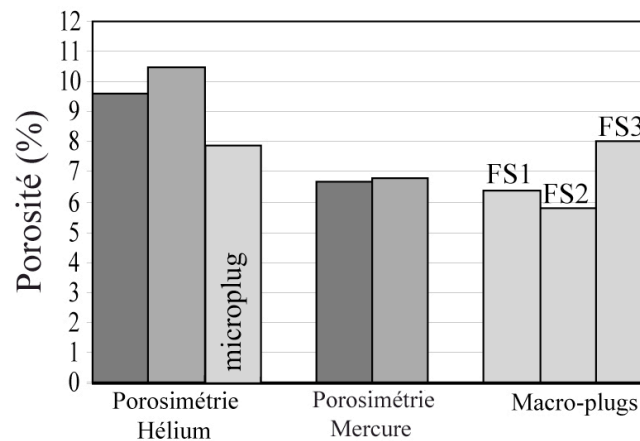


Figure 3.2 : Porosités du grès de Fontainebleau mesurées par Porosimétrie Hélium, Porosimétrie Mercure, et Technique de saturation totale sur les carottes utilisées pour les mesures sous contraintes. (Les échantillons mesurés, à la fois en porosimétrie He et Hg sont représentés avec le même niveau de gris)

D'une manière générale, la valeur de porosité mesurée à l'Hélium est supérieure à celles mesurées via les autres techniques. Cette différence s'explique du fait que l'Hélium à l'état gazeux, présente une tension de surface quasiment nulle et tend par conséquent à envahir une fraction de la porosité qui n'est accessible ni à l'eau, ni au mercure. D'une manière générale, on observe effectivement que le volume de pore mesuré par porosimétrie Mercure est systématiquement inférieur à la valeur donnée par la porosimétrie Hélium. Hammecker et al. (1993) montrent que ces différences peuvent être liées d'une part aux fortes pressions exercées sur les échantillons dans la chambre du porosimètre mercure, d'autre part qu'une fraction importante des pores n'est pas accessible au mercure. Néanmoins, compte tenu de la structure initiale de ce grès, il semble peu probable que les seuils n'excèdent pas le rayon critique d'invasion du mercure, de l'ordre de 3 nm . En revanche, l'écrasement des joints de grains lié à la forte pression appliquée dans la chambre peut parfaitement rendre compte de ces différences.

La figure 3.3. présente la distribution des rayons d'accès aux pores pour chaque incrément de pression de mercure. La distribution des seuils est unimodale et présente un pic autour de $8 \mu\text{m}$. La taille de ces seuils se répartit entre 1 et $20 \mu\text{m}$. Néanmoins, compte tenu de la forme des seuils, il ne

semble pas que la résolution de la loi de la Laplace (2.20) soit pertinente dans le cas de ce grès. Comme la connectivité du réseau de pore est assurée par les joints de grains, la définition de ce seuil par un capillaire cylindrique induit une forte surestimation de leur ouverture. Bien que les valeurs de porosité mesurées soient assez cohérentes, les corrélations entre ce type de mesure et les mesures par saturation à l'eau sont délicates. En effet, la taille des échantillons utilisés en porosimétrie He et Hg ($1,5$ à 12cm^3), ainsi que l'hétérogénéité de mise en place du ciment siliceux à cette échelle, peut induire un soucis de représentativité de la roche à l'échelle macroscopique (Hammecker et al., 1993).

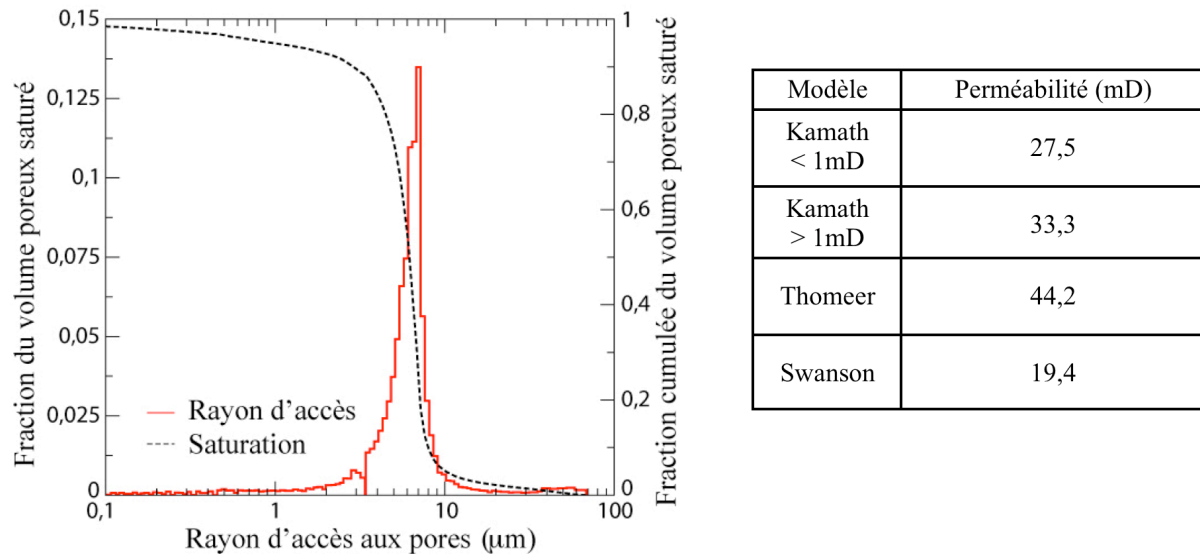


Figure 3.3 : Rayon capillaire équivalent des seuils de pore du grès de Fontainebleau obtenus par porosimétrie mercure et tableau récapitulatif des perméabilités déterminées à partir de la forme de la courbe de pression capillaire P_{Hg} pour chacun des modèles présentés dans le tableau 2.3.

Les échantillons macroscopiques présentent des porosités de 5,8%, 6,4% et 8% pour des perméabilités initiales mesurées dans la direction axiale de respectivement 2,5, 6 et 30mD . Ce résultat est en accord avec les observations de Bourbié et Zinszner (1985). En effet, les plus fortes variations de perméabilité sur le grès de Fontainebleau sont observées dans cette gamme de porosité. Cette observation est une conséquence de la structure du grès de Fontainebleau et des processus diagénétiques de compaction couplés à la cimentation. Une faible diminution de la porosité connectée peut être associée à la cimentation ou la fermeture d'un grand nombre de joints, pouvant induire une forte diminution de la perméabilité à l'échelle macroscopique.

3.1.2. Le grès de Bentheim

Le bloc de grès de Bentheim utilisé dans cette étude provient de la carrière de Nordhorn en Allemagne. Le grès de Bentheim est composé à plus de 95% de quartz dont la cohésion est assurée

par un ciment siliceux de même origine que pour le grès de Fontainebleau. Ce grès présente une faible fraction de feldspaths et de micas (environ 2%), et environ 3% d'argiles (Van Baaren et al., 1990). Les observations de ce grès par microtomographie (cf. figure 3.4.b.) montrent que les argiles se disposent en amas, dispersés de façon homogène dans l'échantillon. De par leur distribution et leur faible concentration, la présence de ces argiles ne devrait pas perturber les mesures de perméabilité. Les grains de quartz sont de taille assez homogène autour de $200\mu\text{m}$ et présentent des contours moins anguleux que dans le cas du grès de Fontainebleau. Deux types de contacts de grains sont observables. De même que pour le grès de Fontainebleau, on observe localement une forte cimentation le long des surfaces de grains les plus régulières. Cette forte cimentation associée à l'empilement plus ou moins compact des grains, induit une certaine hétérogénéité à l'échelle de la microstructure. Certaines zones laissent en effet apparaître des amas de quelques grains extrêmement compacts. A l'inverse dans les zones les moins compactées, les contacts entre les grains sont plus ponctuels. Ce sont dans ces zones que l'on observe les pores les plus larges. L'ouverture de pores de grandes tailles est également associée à la dissolution des feldspaths (figure 3.4.b).

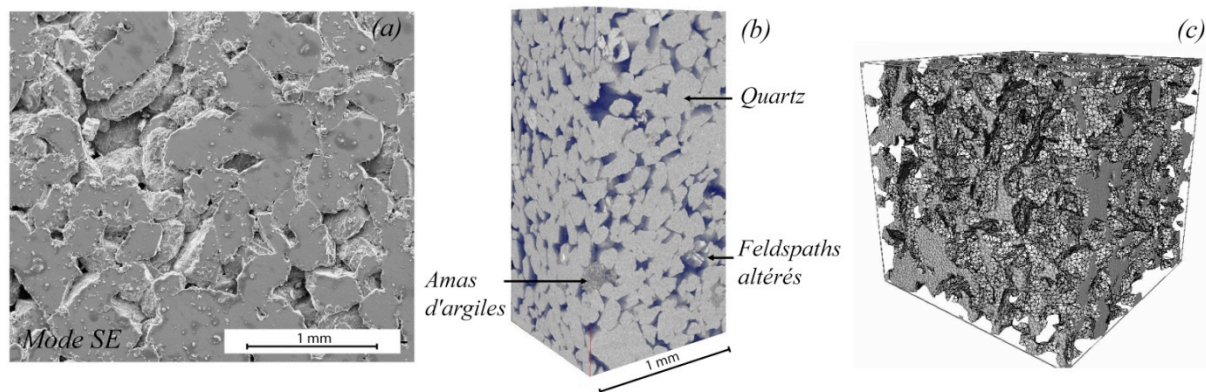


Figure 3.4 : (a) Image MEB du grès de Bentheim (mode SE). Les taches visibles en surface de grains sont liées à de mauvaises conditions de nettoyage des échantillons avant métallisation. (b) Reconstruction d'un volume de $500 \times 500 \times 1000$ voxels à partir de l'acquisition en microtomographie RX. (c) Structure de la porosité 3D obtenue à partir de la microtomographie RX.

De même que pour le grès de Fontainebleau, on observe un écart significatif entre les valeurs de porosité mesurée par porosimétrie He et Hg. Cette différence semble également liée aux fortes pressions appliquées dans la chambre du porosimètre. Celle-ci pourrait en effet être à l'origine de la fermeture des joints assurant la cohésion au sein des amas de grains de quartz révélés au MEB. La fermeture de ces joints limiterait donc l'accès à la porosité incluse dans les amas. Cette hypothèse semble confirmée au regard de la distribution des seuils d'accès aux pores, illustrée par la figure 3.6. Les rayons de seuils montrent une distribution beaucoup plus étroite que dans le cas du grès de Fontainebleau, autour de $20\mu\text{m}$. La connectivité du réseau est donc assurée par les seuils de grande taille situés au niveau des contacts ponctuels entre les grains de quartz. Néanmoins, la légère inflexion

sur la courbe de P_{Hg} sur la figure 3.6 semble indiquer l'existence d'une seconde population de taille de seuils, avec des rayons de l'ordre du micron pouvant être associée à une porosité de joints de grains dans les amas de grains de quartz. Avec l'augmentation de la pression de Mercure, la fermeture de ces grains pourrait donc induire une déconnection d'une partie de la porosité et ainsi expliquer les divergences avec la mesure de porosité Hélium.

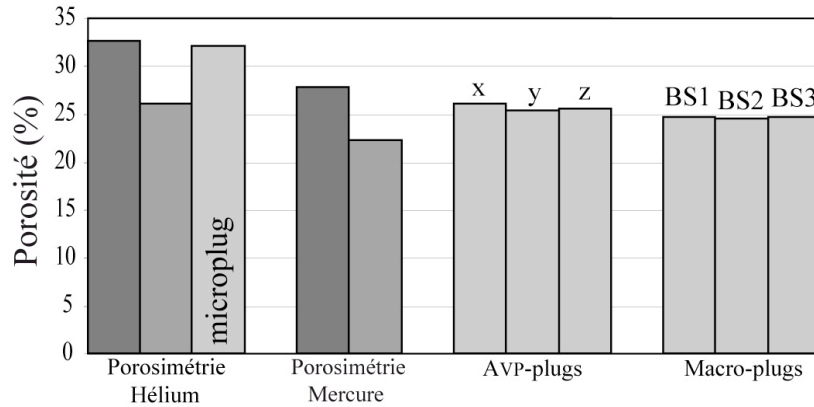
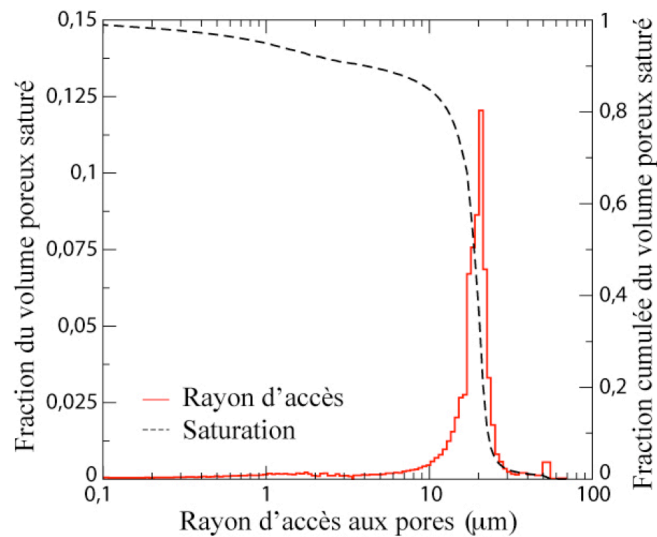


Figure 3.5: Porosités du grès de Bentheim mesurées par Porosimétrie Hélium, Porosimétrie Mercure, et Technique de saturation totale sur les carottes utilisées pour les mesures de vitesse (AVP) et les mesures sous contraintes (MSC)

Comme le montre la figure 3.5, les fluctuations de porosité sont assez importantes lorsque celles-ci sont mesurées sur les échantillons de petit volume. Les porosités Hélium de 31,2% et 32,3% ont en effet été mesurées sur des échantillons de $2,5\text{cm}^3$, alors que celle de 25,7% a été obtenue sur un échantillon de $\sim 10\text{cm}^3$. Cette dernière valeur est parfaitement en accord avec les valeurs obtenues par la technique de saturation totale des échantillons AVP et MSC, de volumes respectifs $\sim 10\text{cm}^3$ et $\sim 90\text{cm}^3$. Pour les volumes supérieurs à 10cm^3 , on pourra considérer la porosité du grès comme homogène.

La mesure de l'anisotropie de vitesse d'onde P est présentée dans la figure 3.7. L'anisotropie mesurée est relativement identifiable à l'état sec.

A l'état sec, l'axe minimal du tenseur de vitesse s'oriente selon la direction Z, correspondant à la direction de carottage de nos échantillons macroscopiques, alors que les axes maximum et intermédiaires définissent un plan d'isotropie confondu avec le plan normal à la direction Z. Ce résultat est en accord avec les observations de Louis et al. (2003) sur le même type de grès. Les auteurs observaient une isotopie transverse de l'ordre de 10%, le plan d'isotropie étant alors porté par le plan de stratification. Néanmoins, il est important de noter que les blocs utilisés dans notre étude sont particulièrement homogènes et ne présentent pas d'évidence de stratification apparente. A l'état saturé, les valeurs de vitesse sont logiquement plus fortes, et l'anisotropie diminue fortement. L'anisotropie mesurée serait donc essentiellement liée à l'organisation de la structure poreuse.



Modèle	Perméabilité (mD)
Kamath < 1mD	1850
Kamath > 1mD	2060
Thomeer	9090
Swanson	3240

Figure 3.6 : Rayon capillaire équivalent des seuils de pore du grès de Fontainebleau obtenus par porosimétrie mercure et tableau récapitulatif des perméabilités déterminée à partir de la forme de la courbe de pression capillaire P_{Hg} pour chacun des modèles présentés dans la table 2.3.

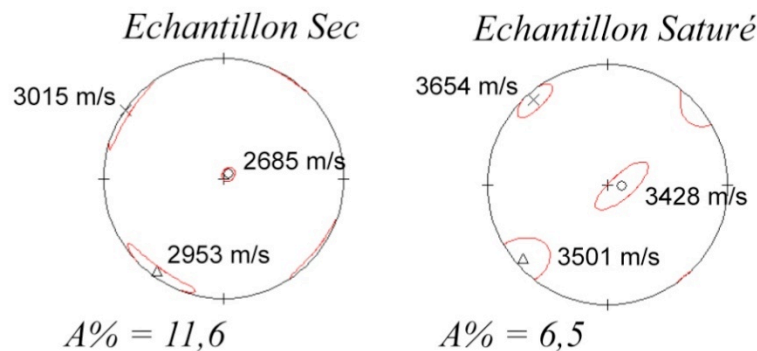


Figure 3.7 : Projection stéréographique des axes principaux du tenseur d'anisotropie de vitesse d'onde P calculés pour le grès de Bentheim, aux états sec et saturé.

En termes de perméabilité, Benson et al. (2005) enregistrent une anisotropie d'environ 10% entre deux échantillons du grès de Bentheim prélevés perpendiculairement. Par ailleurs, les auteurs ne montrent pas d'évolution significative de cette anisotropie de perméabilité initiale sous chargement hydrostatique. Suivant les résultats de ces auteurs, la faible anisotropie du grès de Bentheim, en fait donc un géomatériau idéal pour vérifier la cohérence des évolutions de perméabilité directionnelle mesurées avec notre dispositif.

3.2. Propriétés mécaniques

3.2.1. Définition des paramètres mécaniques et poroélastiques.

Le but principal de cette section est de déterminer le comportement mécanique de base des deux grès d'étude et d'en établir les paramètres mécaniques et hydrauliques. Ces paramètres constitueront les données d'entrée de la modélisation à l'échelle du pore, présentée dans le chapitre 5. Par conséquent, nous avons réalisé de manière systématique plusieurs types d'essais, permettant d'une part de calculer les modules d'élasticité effectifs à travers la réalisation d'essais en conditions drainées, et d'autre part, d'évaluer les paramètres de couplage des interactions solide/fluide par la mise en place d'une combinaison d'essais en conditions drainées et non drainées:

- Le régime drainé correspond à un essai au cours duquel le fluide interstitiel peut circuler librement entre le milieu poreux et l'extérieur au cours du chargement.
- Le régime non drainé correspond à un essai lors duquel il n'y a aucun échange de fluide avec l'extérieur au cours de la sollicitation mécanique.

a) Conditions drainées

Dans le cas d'un matériau homogène, isotrope, et dans l'hypothèse de faibles déformations, l'équation du comportement poroélastique linéaire, peut être écrit sous la forme suivante (Coussy, 1991) :

$$\sigma_{ij} + bP_p\delta_{ij} = \left(K_d - \frac{2}{3}G\right)tr\underline{\underline{\varepsilon}}\delta_{ij} + 2G\varepsilon_{ij}, \quad (3.1)$$

avec K_d le module d'incompressibilité drainé, G le module de cisaillement, $\underline{\underline{\varepsilon}}$ le tenseur de déformation, $\underline{\underline{\sigma}}$ le tenseur de contrainte de Cauchy, b le coefficient de Biot, δ_{ij} le symbole de Kronecker et P_p la pression de pore. La trace du tenseur de déformation $tr\underline{\underline{\varepsilon}}$ représente la déformation volumique ε_v . Lors d'un essai hydromécanique, en faisant l'hypothèse d'une isotropie dans le plan orthogonal à la contrainte axiale, la déformation volumique et la déformation cisailante s'expriment comme :

$$\varepsilon_v = \varepsilon_a + 2\varepsilon_r \quad \text{et} \quad \varepsilon_s = \frac{2}{3}(\varepsilon_a - \varepsilon_r). \quad (3.2) \text{ et } (3.3)$$

Dans le cas particulier d'un chargement isotrope, $\sigma_{ij} = P_c\delta_{ij}$, la relation (3.1) devient:

$$\Delta P_c = K_d\Delta\varepsilon_v - b\Delta P_p. \quad (3.4)$$

A pression de pore constante ($\Delta P_p = 0$), il est possible de déterminer le module d'incompressibilité drainé K_d , par la relation :

$$K_d = \left(\frac{\Delta P_c}{\Delta \varepsilon_v} \right)_d . \quad (3.5)$$

Comme nous l'avons vu au chapitre 1, le coefficient de Biot peut être déterminé à partir du module K_d et du module d'incompressibilité de la phase solide K_s , par :

$$b = 1 - \frac{K_d}{K_s} . \quad (3.6)$$

Le module K_s peut être déterminé à partir des mesures des déformations volumiques d'un échantillon soumis à une augmentation synchrone de la pression de confinement P_c et de la pression interstitielle P_p , soit $\Delta P_c = \Delta P_p$. Ce type d'essai permet en effet de ne solliciter que la phase solide du matériau. Il est important de noter que cette mesure est très difficile à réaliser via notre dispositif. En effet, les déformations mises en jeu lors de ce type d'essai sont extrêmement faible, et donc sont entachés d'une forte erreur liés à la précision des capteurs LVDT et à la difficulté d'appliquer une correction cohérente des probables déformations du dispositif lui-même.

Une autre méthode (Ferfera, 1997) consiste à déterminer en premier lieu le coefficient de Biot b afin d'en déduire le module d'incompressibilité K_s . En ne faisant varier que la pression de pore à pression de confinement constante, il est possible de déterminer le rapport :

$$\frac{K_d}{b} = \frac{\Delta P_p}{\Delta \varepsilon_v} . \quad (3.7)$$

Connaissant le module K_d , le coefficient b peut ainsi être déterminé.

b) Conditions non drainées

Pour un essai de chargement hydrostatique non drainé, on détermine la valeur du module d'incompressibilité K_u .

$$K_u = \left(\frac{\Delta P_c}{\Delta \varepsilon_v} \right)_u . \quad (3.8)$$

Théoriquement, la mise en œuvre de ce type d'essai permet de calculer le coefficient de Skempton, noté B_s , qui lie la variation de la pression interstitielle à celle de confinement.

$$B_s = \frac{\Delta P_p}{\Delta P_c} . \quad (3.9)$$

Le dispositif expérimental n'est pas équipé pour mesurer la pression de pore. Le coefficient de Skempton peut toutefois être déterminé par la relation suivante :

$$B_s = \frac{(K_u - K_d)}{bK_u} . \quad (3.10)$$

c) Conditions de chargement uniaxial

Le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν sont déterminés par la réalisation d'essais de chargement uniaxial (ou compression simple). En chargeant suffisamment le matériau, il est également possible de déterminer la contrainte à la rupture C^* .

$$E = \frac{\varepsilon_a}{\sigma_a} \quad \text{et} \quad \nu = -\frac{\varepsilon_r}{\varepsilon_a} , \quad (3.11) \text{ et } (3.12)$$

avec σ_a la contrainte axiale, ε_a et ε_r les déformations axiales et radiales respectivement.

D'une manière générale, lors de ces essais, les évolutions de perméabilités directionnelles sont également calculées. Néanmoins, l'application d'une pression de confinement étant nécessaire pour garantir l'étanchéité de la membrane, ce type d'essai effectué sur notre cellule triaxiale dérive légèrement des conditions purement uniaxiales (où $\sigma_r = 0$). Par conséquent, nous avons également procédé à des essais en compression purement axiale sur un banc de chargement classique.

3.2.2. Propriétés mécaniques du grès de Fontainebleau

Les essais réalisés sur le grès de Fontainebleau sont présentés sur la figure 3.8. L'essai permettant la détermination du K_s n'est pas présenté dans cette figure. Les déformations affectant le matériau sont en effet trop faibles pour être enregistrées convenablement. Les déformations transverses sont alors du même ordre de grandeur que le bruit de mesure du cantilever.

L'essai hydrostatique (voir figure 3.8.a) a été réalisé à pression de pore de 1MPa et la montée en charge initiée à 5MPa de pression de confinement. La valeur du module d'incompressibilité K_d est de $9,4\text{GPa}$. Dans ce domaine de pression [$5\text{-}60\text{MPa}$], l'évolution des déformations volumiques ne permet pas la mise en évidence de la phase de serrage. Communément, associée à la fermeture des microfissures et des micropores, cette phase induit généralement une augmentation du module

d'incompressibilité pour les faibles incréments de pression hydrostatique (Mesri et al. (1976), Fredrich et al. (1995)). Sur ce matériau, la phase de mise en place et de serrage apparaît probablement lors de l'application de la pression initiale et n'est par conséquent pas observée lors de cet essai.

En condition non drainée, la valeur du module d'incompressibilité est $K_u = 11,4GPa$. L'essai permettant la détermination du coefficient de Biot est probablement le plus complexe à interpréter. Pour cet essai, la pression de confinement est augmentée et maintenue à $30MPa$ et l'on fait varier la pression de pore de 1 à $25MPa$ (limite de pompe). Comme le montre la figure 3.8.b., la déformation volumique n'évolue pas linéairement avec l'augmentation de la pression de pore. Cette évolution singulière est probablement liée aux effets frictionnels du piston, qui peuvent induire un certain retard dans l'enregistrement de la réponse propre du matériau. Lors de la décharge, la réponse de l'échantillon est purement linéaire. Le rapport K_d/b est calculé par la moyenne des pentes des évolutions de la déformation volumique en charge et en décharge, dans l'intervalle de pression de pore $[20-25MPa]$. Ce rapport est égal à $14,4GPa$, et permet donc de calculer une valeur approximative du coefficient de Biot de 0,65 pour le grès de Fontainebleau. L'expression (3.6) permet de calculer le module d'incompressibilité de la phase solide, $K_s = 26,9GPa$. Celui-ci est relativement faible par rapport à la valeur de $35,2GPa$ (proche de la valeur du quartz) déterminée par Ortega-Bucio (1994). Cette valeur correspondrait à un coefficient de Biot de 0,73, soit un rapport $K_d/b \sim 12,9GPa$. Comme nous l'avons précisé précédemment, la sous estimation du module de la phase solide est essentiellement lié à la mesure non satisfaisante des déformations, lorsque celles-ci sont très faibles.

Au cours de l'essai de chargement uniaxial, le module d'Young calculé, à partir de l'évolution des déformations axiales corrigées des déformations du piston, est de $23,8GPa$, et le coefficient de Poisson est de 0,17. D'après la relation suivante (Birch, 1961), il est possible de vérifier la cohérence entre les différents essais :

$$K_d = \frac{E}{3(1-2\nu)} \quad (3.13)$$

La relation 3.13 permet de recalculer une valeur de K_d de $11,4GPa$. L'écart à la valeur mesurée ($9,4GPa$) en chargement hydrostatique est assez faible. Celui-ci peut-être lié aux conditions de détermination des paramètres E et ν qui s'écartent des conditions de chargement purement uniaxiales, à cause de la pression de confinement nécessaire à l'étanchéité. Cette relation montre toutefois la pertinence de la correction des déformations du piston, lorsque les matériaux testés sont assez résistants.

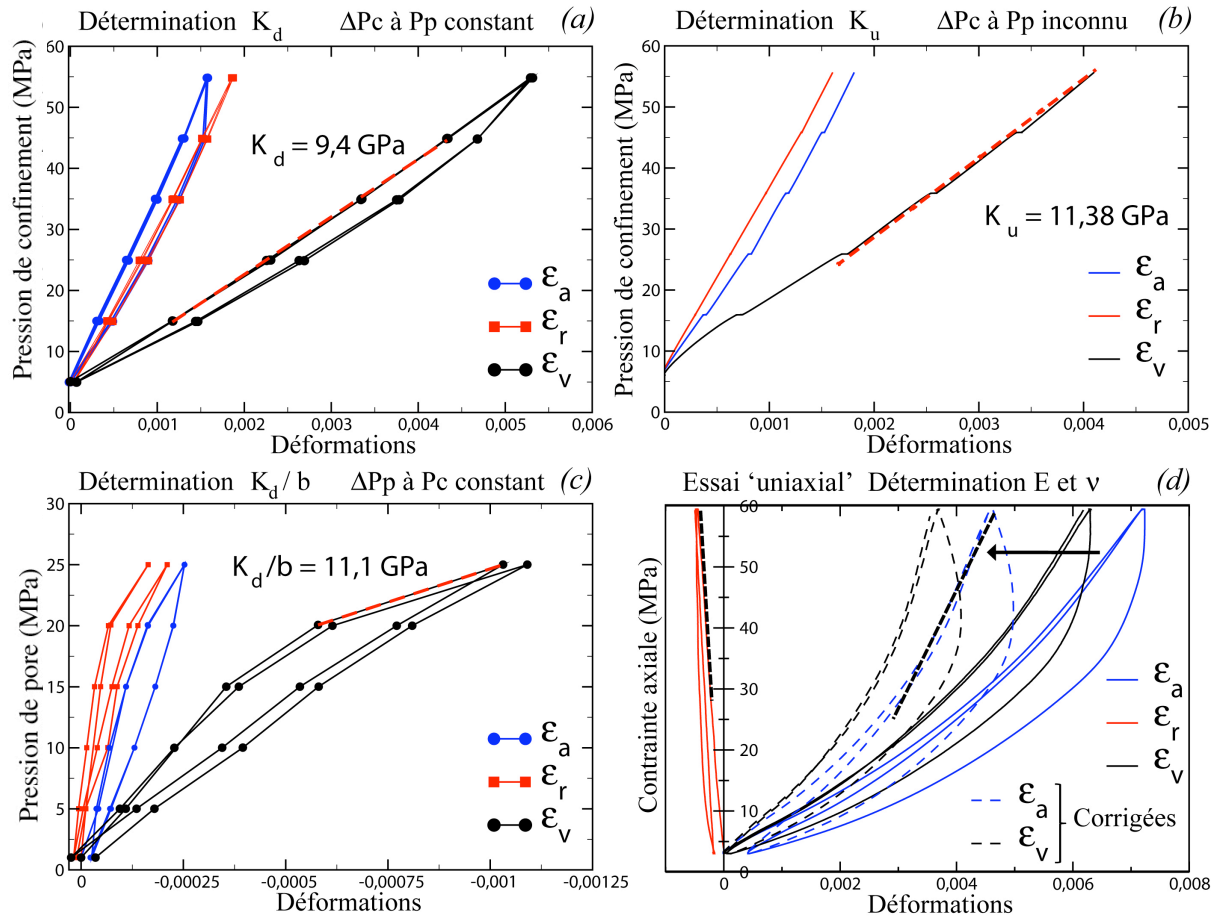


Figure 3.8 : Résultats des essais de détermination des paramètres poroélastiques du grès de Fontainebleau. (a) Essai hydrostatique drainé à pression de pores constante. (b) Essai hydrostatique non drainé. (c) Essai drainé à pression de confinement constante. (d) Essai uniaxial dans le domaine de pression accessible via notre cellule triaxiale (pas de rupture de l'échantillon).

3.2.3. Propriétés mécaniques du grès de Bentheim

Les résultats obtenus sur le grès de Bentheim, en chargement hydrostatique drainé et en chargement uniaxial ont été partiellement présentés dans les références Dautriat et al. (2009a) et Dautriat et al. (2009b). L'objectif de cette section est, d'une part de présenter une synthèse des paramètres mécaniques qui sont partiellement introduits dans les références citées précédemment, et d'autre part de présenter les essais complémentaires permettant la définition des différents paramètres du couplage poroélastique.

En premier lieu, nous présentons les valeurs de module calculé à partir des trois essais uniaxiaux (Dautriat et al. 2008b). Le tableau 3.1. montre clairement l'homogénéité du grès à l'échelle du bloc. Les essais montrent une très bonne reproductibilité indépendamment de l'échantillon testé. Il est à noter que la résistance à la rupture du grès de Bentheim est inférieure à la limite en pression de la cellule, par conséquent ce matériau est idéal pour l'étude de l'évolution des perméabilités directionnelles en régime dilatant et fragile. L'essai référencé UCS (Uniaxial Compressive Strength) a

été fait sur une machine de compression uniaxiale. Pour cet essai, la valeur du module d'Young est plus élevée et la contrainte à la rupture plus faible. Dans ce cas, l'essai est réalisé sur un échantillon sec et ces différences peuvent s'expliquer, d'une part par l'effet de la pression de confinement de 3MPa appliquée pour assurer l'étanchéité de la membrane équipant notre cellule, et d'autre part, par une différence de rigidité entre la machine d'essai uniaxial et notre dispositif.

	BS1 (*) (**)	BS2 (**)	BS3 (**)	UCS
Module d'Young E (GPa)	10,34	11,27	11,47	14,75
Coefficient de Poisson ν	0,2	0,23	0,24	–
Contrainte axiale à la rupture σ_a^* (MPa)	52,5	51,5	57,2	41,25

Tableau 3.1 : Module élastiques effectifs mesurés pour les trois essais de chargement uniaxial réalisés sur le grès de Bentheim. (*) Dautriat et al. (2009a) (**) Dautriat et al. (2009b). Les mesures réalisées via notre dispositif expérimental sont confrontées à celles obtenues par un essai en condition purement uniaxiale (UCS).

La figure 3.9. propose une synthèse des différents essais de caractérisation du comportement poroélastique du grès de Bentheim. Hormis pour les essais de chargement uniaxial, tous les résultats présentés ont été obtenus sur le même échantillon.

La valeur du module d'incompressibilité du grès de Bentheim est $K_d = 6,96 \text{ GPa}$. Compte tenu des valeurs moyennes décrites dans le tableau 3.1., le module d'incompressibilité recalculé par l'expression (3.13) est de $6,65 \text{ GPa}$. Cette valeur est plus faible que pour le grès de Fontainebleau en raison de la forte porosité de ce grès (Zimmerman, 1991). Le module d'incompressibilité non drainé K_u est de $10,25 \text{ GPa}$. Celui-ci est déduit de la pente de la courbe pression/déformation volumique lors de la montée en charge. En effet, la figure 3.9.b montre que l'essai non drainé est fortement affecté par les effets frictionnels du piston à la décharge.

Les résultats de l'essai à pression de confinement constante donne une valeur du coefficient de Biot de l'ordre de 0,57. Pour cet essai, on note que la course du piston est également retardée de 0 à 5 MPa . Comme pour le grès de Fontainebleau, l'impact des effets frictionnels du piston ne permet pas de calculer directement K_s . La valeur du K_s , déterminée à partir des deux essais décrits précédemment, est de $16,2 \text{ GPa}$.

A ce stade de l'étude, il semble évident que ces mesures ne peuvent satisfaire à une caractérisation précise de la valeur des différents paramètres du couplage poro-mécanique. Le dispositif montre en effet d'importantes limitations liées, pour l'essentiel, à la précision des capteurs LVDT et à leur position externe. Les résultats des essais présentés dans cette section se doivent donc d'être améliorés, et ce, par la mise en œuvre d'une nouvelle série d'expérience sur un dispositif offrant une meilleure résolution de la mesure de déformation.

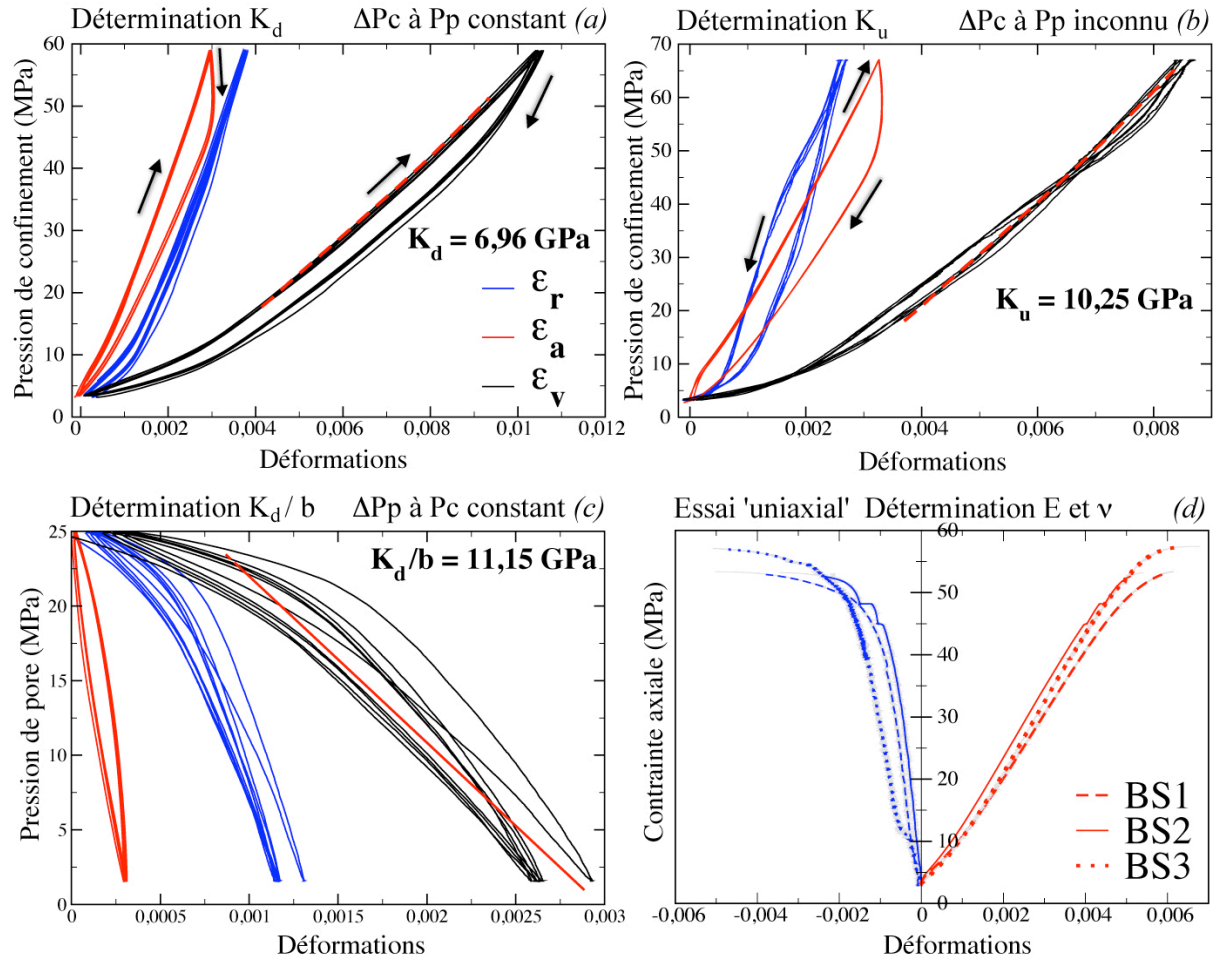


Figure 3.9 : Résultats des essais de détermination des paramètres poroélastiques du grès de Bentheim. (a) Essai hydrostatique drainé à pression de pores constante. (b) Essai hydrostatique non drainé. (c) Essai drainé à pression de confinement constante. (d) Essai de chargement uniaxial dans le domaine de pression accessible via notre cellule triaxiale, d'après Dautriat et al. (2009b).

3.3. Evolution des perméabilités directionnelles des grès sous contraintes

- PUBLICATION 1-

Article sous presse Pure and Applied Geophysics (2009)

Axial and Radial Permeability Evolutions of Compressed Sandstones

End Effects and Shear Band Induced Permeability Anisotropy

Résumé de l'article et principaux résultats

Les expériences de mesure des évolutions de perméabilité directionnelles réalisées en condition de chargement hydrostatique et 'uniaxial' sur les grès de Bentheim et de Fontainebleau font l'objet d'un article accepté dans Pure and Applied Geophysics et dont le manuscrit constitue cette section.

Cet article reprend une description rapide du dispositif et de la méthode de calcul du facteur géométrique, comme nous l'avons décrit plus précisément dans le chapitre 2. Seuls les résultats expérimentaux sur les évolutions de la porosité et des perméabilités directionnelles sont ici présentés. La partie 'Discussion of experimental results' analyse successivement :

- l'impact des effets de bords sur les mesures de perméabilités axiales. Ceux-ci sont clairement mis en évidence par la confrontation des évolutions de perméabilité axiales suivant les deux méthodes de mesures (longueur totale de l'échantillon et prise de pression intermédiaires. On observe effectivement que la perméabilité axiale $k_{az,ML}$ ne montre pas l'évolution classique dans le régime pseudo-élastique, c'est à dire la dépendance exponentielle à la pression de confinement attribuée à la fermeture des microfissures.
- la zone dans laquelle apparaissent ces effets de bord. Celle-ci est déterminée par la modélisation aux éléments finis des inhomogénéités du champ de contraintes au sein de l'échantillon. Nous montrons que le champ de pression ne peut être considéré comme purement hydrostatique, mais est marqué par une contrainte plus importante dans les zones situées au voisinage de l'interface piston/échantillon. L'extension de cette zone d'inhomogénéité est toutefois limitée, et la modélisation montre clairement que celle-ci n'inclut pas la zone de mesure de la perméabilité $k_{az,ML}$.
- l'impact des effets de bord sur les mesures de perméabilité radiale. Celui-ci est lié au facteur géométrique introduit dans le calcul de la perméabilité dans la direction radiale, mais également aux déformations du dispositif au cours du chargement. En effet, l'analyse par microtomographie des frittés Al316 placés entre l'échantillon et les injecteurs radiaux montrent une modification importante de leurs microstructures. La déformation de ces frittés est à l'origine de la forte diminution de perméabilité observée lors des premiers paliers de pression.

Les résultats d'expériences en condition de chargement 'uniaxial', montrent l'impact de la formation d'une bande de cisaillement sur la perméabilité radiale. La diminution significative de la perméabilité mesurée dans la direction transverse à la propagation de cette bande peut en effet mettre en évidence l'impact des mécanismes de fracturation intragranulaire et de densification au sein de celle-ci. Ces résultats préliminaires permettent de mettre en évidence les capacités de notre dispositif et l'intérêt de disposer d'un outil permettant la mesure des perméabilités tridirectionnelles sur un

même échantillon afin d'étudier l'influence d'une localisation de la déformation sur les évolutions de l'anisotropie de perméabilité.

Le résultat le plus important de cette étude résulte de la mise en évidence des effets de bords sur les mesures d'évolution des perméabilités axiales réalisées de façon classique, c'est à dire sans mesure du différentiel de pression sur une longueur intermédiaire. Ces effets de bords semblent être à l'origine d'une baisse de 30% de la valeur de perméabilité initiale sur le grès de Bentheim, mais sont également observables, dans une moindre mesure, sur le grès de Fontainebleau. Ces résultats montrent que les effets de bord générés lors d'essais triaxiaux peuvent affecter des matériaux présentant pourtant des degrés de consolidation très différents.

Par conséquent, dans certaines études antérieures, la réduction de la perméabilité observée dans le régime pseudo-élastique, et qui est communément associée à la fermeture des microfissures préexistantes, peut être essentiellement liée à ce type d'effets. Il est à noter que ce type de microfissure n'a pas été observé par l'analyse microstructurale et ne peut par conséquent être à l'origine des fortes diminutions de perméabilité axiale affectant le grès de Bentheim en début de chargement. Il serait donc nécessaire de réévaluer l'influence de ces effets, afin de définir plus précisément les diminutions de perméabilité liée effectivement à une déformation du réseau poreux.

Enfin une conclusion importante de cette étude résulte de la difficulté d'une transposition directe des résultats de laboratoire aux situations de terrain, pour lesquels, bien évidemment, ce type d'effet ne sera pas observable. La prise en compte de ces effets dans la définition de modèles couplés de réservoir, peut induire une surestimation importante de la réduction de la perméabilité affectant réellement celui-ci.

Axial and Radial Permeability Evolutions of Compressed Sandstones

End Effects and Shear Band Induced Permeability Anisotropy

JEREMIE DAUTRIAT,^{1,2} NICOLAS GLAND,¹ JEAN GUELARD,¹
ALEXANDRE DIMANOV,² and JEAN L. RAPHAEL²

¹ Institut Français du Pétrole, 1&4 avenue de Bois Préau, 92852 Rueil-Malmaison Cedex, France.

E-mail: nicolas.gland@ifp.fr, Fax Number: (+33) 1 47 52 70 72

² Laboratoire de Mécanique des Solides, CNRS, Ecole Polytechnique, 91128 Palaiseau Cedex, France.

Abstract - The influence of hydrostatic and uniaxial stress states on the porosity and permeability of sandstones has been investigated. The experimental procedure uses a special triaxial cell which allows permeability measurements in the axial and radial directions. The core sleeve is equipped with two pressure samplers placed distant from the ends. They provide mid-length axial permeability measure as opposed to the overall permeability measure, which is based on the flow imposed through the pistons of the triaxial cell. The core sleeve is also equipped to perform flows in two directions transverse to the axis of the sample. Two independent measures of axial and complementary radial permeability are thus obtained. Both Fontainebleau sandstone specimens with a porosity of about 5.8% to 8% and low permeability ranging from 2.5mD to 30mD and Bentheimer sandstone with a porosity of 24% and a high permeability of 3D have been tested. The initial axial permeability values obtained by each method are in good agreement for the Fontainebleau sandstone. The Bentheimer sandstone samples present an axial mid-length permeability 1.6 times higher than the overall permeability. Similar discrepancy is also observed in the radial direction, also it relates essentially to the shape of flow lines induced by the radial flow. All the tested samples have shown a higher stress dependency of overall and radial permeability than mid-length permeability. The effect of compaction damage at the pistons/sample and radial ports/sample interfaces are discussed. The relevance of directional permeability measurements during continuous uniaxial compression loadings have been shown on the Bentheimer sandstone until the failure of the sample. We can efficiently measure the influence of brittle failure associated to dilatant regime on the permeability: it tends to increase in the failure propagation direction and to decrease strongly in the transverse direction.

Key words: Directional permeability, End effects, Permeability anisotropy, Sandstone, Shear band, Stress dependency.

Introduction

It is well known that the decrease of pore pressure due to oil production induces changes of the field stress state, and for instance it increases the effective vertical and horizontal stresses applied on the reservoir (HOLT, 1990; SCHUTJENS and DE RUIJ, 1997). The compaction stemming of this stress increase modifies the structure and thus the petrophysical properties of the reservoir rocks. It is therefore of prime importance in reservoir engineering to understand the interplay between stresses, porosity and permeability evolutions of the rocks. Many authors have pointed out the role of stress anisotropy for permeability and also for other structure-sensitive parameters (MORITA et al., 1992; AL-HARTY et al., 1999). In a recent paper, HEILAND (2003) reviews numerous experimental studies of hydromechanical coupling and stress-dependent permeability.

In order to establish the dependency of permeability of rocks on effective pressure, the most commonly used experimental set-up is a triaxial cell, which allows to investigate the effects of different stress paths, in hydrostatic (ZOBACK and BYERLEE, 1975; WALSH and BRACE, 1984; MORROW et al., 1984; and others), deviatoric (RHETT and TEUFEL, 1992a, 1992b; WONG et al., 1997; ZHU and WONG, 1997) or uniaxial conditions (TRAUTWEIN and HUENGES, 2005). Owing to the geometry of a classical triaxial cell, some authors have acknowledged the importance of frictional

effects at the piston/sample interfaces. But these effects have been mostly documented in soil mechanic (LEE, 1978; FOURIE and XIAOBI, 1991; SHENG et al., 1997) rather than for consolidated geomaterials. Recently, KORSNES et al. (2006) have investigated the influence of these end effects on permeability of both chalks and sandstones using a modified core sleeve, which allows pore pressure sampling in a region distant from the interfaces where frictional effects take place.

The anisotropic evolutions of permeability as a result of effective stress increase are also a fundamental issue in reservoir engineering. In most cases, the oil recovery rate is closely related to horizontal permeability, which is sensitive to changes of the vertical stress. Therefore, flow experiments should be performed under deviatoric stress states. Besides, the geometry of the sample must be adapted in order to minimize end effects and to allow independent measurements of axial and radial permeabilities. Anisotropic permeabilities in porous sandstones under non hydrostatic stress states were measured by ZOBACK and BYERLEE (1975), BRUNO (1994) and ZHU et al. (1997). The authors used triaxial compression and extension tests with conventional triaxial cells and measured the permeabilities along the maximum and minimum principal stresses. Conversely, SCHUTJENS and DE RUIG (1997) have used a true triaxial cell to perform fluid flows along the minimum principal stress.

In this paper, we present new experiments performed with a special triaxial cell designed to operate under temperature and pressure conditions representative of reservoirs rocks and allowing simultaneous measurements of deformation, porosity and directional permeability evolution. Two different sandstones have been studied: a tight Fontainebleau sandstone with a low permeability and a permeable Bentheimer sandstone. Axial and radial permeability measurements are presented and discussed for both materials. We focus on suspected end effects, which we investigate by FEM calculations.

Experimental Set-up and Procedure

Axial and two perpendicular radial measurements of flows and pore pressures are the most innovative features of the apparatus designed for this study (see Fig. 1). Two high pressure Isco pumps control independently axial load and confining pressure ($P_c^{\max}=69\text{MPa}$). An intermediate pressure Isco pump either generates a brine flow through the sample or regulates the pore pressure ($P_p^{\max}=25\text{MPa}$). Since temperature fluctuations affect the pore fluid viscosity, a temperature regulation is provided by placing the cell in an oven (regulated up to a maximum temperature of 200°C) and also by regulating the temperature of the pore fluid in the pump and outside lines by a thermostated bath and heating resistances respectively. All the results presented in this paper are obtained at a temperature of 40°C , low limit for accurate temperature regulation of the oven. The triaxial cell is also equipped with deformation sensors to measure both axial and radial deformations of the sample. The axial displacement of the upper mobile piston is recorded by two external high temperature LVDT sensors from RDP. The radial deformations of the core are measured using a double cantilever sensor from ERGOTECH fastened on the core sleeve inside the cell. The dimensions of the sample are 38.1mm in diameter and 80mm in length.

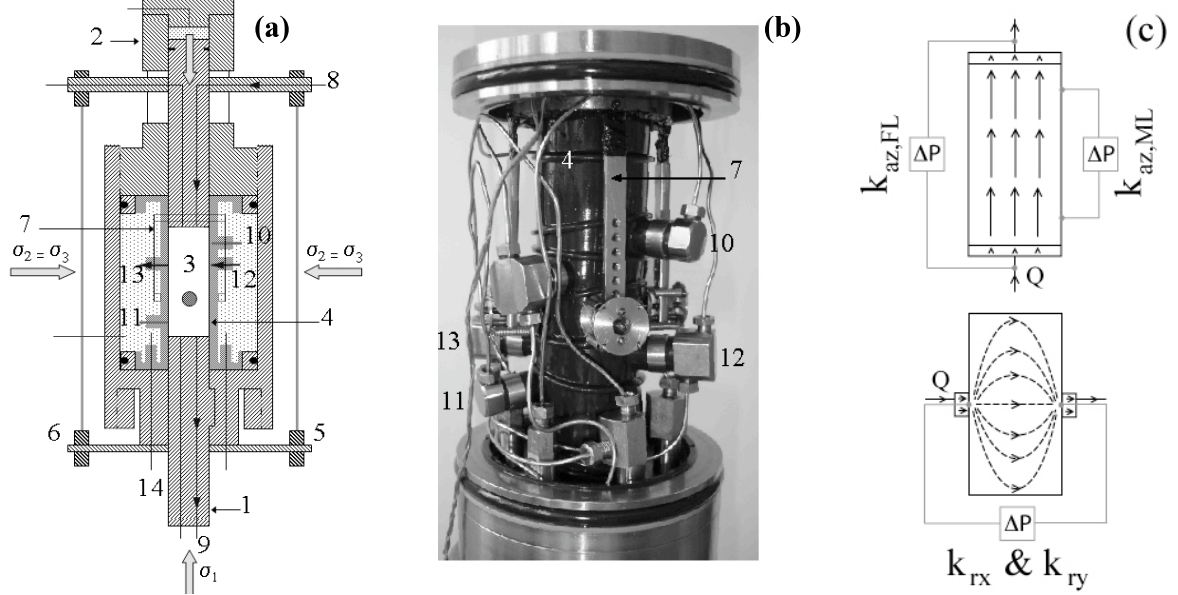


Figure 1

(a) Simplified sketch of the triaxial cell, (b) picture of the equipped core sleeve (c) pressure differential and flow configurations for permeabilities $k_{az,FL}$, $k_{az,ML}$ and k_{rx} ; item numbers refer to: (1) fixed piston, (2) mobile piston, (3) sample, (4) sleeve, (5,6) external LVDT, (7) internal cantilever, (8,9) axial flow lines, (10,11) pore fluid pressure samplers, (12,13) radial flow ports, (14) external flow lines connectors.

The most important innovation of our experimental set-up is the special core sleeve, which allows flows generation and differential pressure measurements along the core diameter. Generally, permeability evolution of a sample subjected to deviatoric stresses is measured along the direction of the maximal stress, by sampling the pressure differential between the inlet and the outlet of the sample. Additionally, with our set-up, we can sample the differential pressure between two points 60mm apart and located at ~10mm from each end of the sample, using two pressure samplers (Items 10 and 11 on Fig. 1) placed at the contact of the lateral sample surface. This alternative way to measure axial permeability avoids end-effects linked to the contacts between the sample and pistons which will be discussed in a following section.

The radial permeability is measured by two pairs of injector-receptor ports (Items 12 and 13 on Fig. 1) facing each other, positioned along two orthogonal diameters and in two distinct planes. Each injector is made of a perforated PEEK plastic head (diameter 9mm) for the fluid injection at the surface of the sample fitted with a coaxial Hastelloy tube (diameter 1/16in.) for pressure measurement. In addition, to allow a better flow distribution at the inlet and the outlet of the sample surface, Al316 fiber discs with average mesh aperture of 25 μ m are placed at the contact of the sample.

In order to measure the differential pressure induced by fluid flow through the sample, we use a set of differential pressure sensors from ABB from $\pm 15\text{mbar}$ to $\pm 400\text{mbar}$ adapted to measure the permeability of cores of 1D to 1mD. All the measurable parameters are monitored on an acquisition bench and recorded on a computer.

The cylindrical samples are cored perpendicularly to the supposed stratification according to the quarry block extraction information (no evidence of bedding planes on the block sides). They are then dried during 48 hours. Their dry weight and exact dimensions are recorded, and then they are placed under low vacuum for 5 hours. The samples are then saturated by NaCl brine of concentration 20g.l⁻¹ (commonly recommended salinity in core analysts community to prevent clays alteration), and from

the saturated weight we determine the initial porosity. The saturated sample is placed into the instrumented sleeve, the cell is closed, filled with the confining oil and the upper piston is brought in contact with the sample. At this stage, confining and axial pressures of few MPa are applied to ensure the sealing of the sleeve. Fluid circulation is established through the system to saturate the lines and to evacuate residual gas bubbles, and the pore fluid pressure is brought at $1MPa$ and regulated by a back-pressure system. This low effective pressure limits microbubbles trapping, and insures an efficient liquid permeability measurement; it also allows starting experiments at an initial low hydrostatic pressure. The oven, the pore fluid pump and the external flow lines are then regulated to $40^{\circ}C$. Thermal stabilization is achieved in a few hours for the cell and a few minutes for the pump. At this stage, the displacement sensors are set to zero.

Two kinds of compression stress paths are performed in this study with pore pressure kept at $1MPa$. For hydrostatic loading, some experiments are made stepwise, the pressure being increased by increments of $2MPa$ at low pressure and $5MPa$ to $10MPa$ at higher pressure. Others tests consist of a continuous loading with an increase rate of confining pressure fixed between $0.05MPa.min^{-1}$ and $0.1MPa.min^{-1}$, low enough to be close to quasi-static conditions (HEILAND and RAAB, 2000). Deviatoric loadings are performed at a low confining pressure of $3MPa$, which insures the sealing of the sleeve, while a “uniaxial” stress state is imposed.

The porosity evolutions and the deformations of the samples are recorded during stress increase. The porous media is only connected to the thermostated Isco pump and pore pressure is regulated at $1MPa$. Hence, the variation of the pore volume of the core is directly related to the variation of the fluid volume inside the pump. The data recorded by the deformation sensors allow both the evaluation of strains and the control of the time necessary to reach compaction equilibrium. The porosity values can thus be determined precisely taking account of the total sample strains.

The axial and radial permeability measurements are based on the steady state method. At each constant pressure step, we perform 4 sets of differential pressure measurements (2 axial and 2 radial), each of them lasting about one hour. For each measurement, we check for the validity of the Darcy law (laminar flow regime), by performing a sequence of 5 increasing flow rates and measuring the corresponding increasing pressure differential. Permeability is finally calculated from the slope of a linear regression as described in the following section.

All the measurements at each pressure step last about a day, so that a complete loading sequence of one sample takes about two weeks. Unloading is directly realized from $65MPa$ to $3MPa$ at a small constant rate $\sim 0.1MPa.min^{-1}$. The permeability after unloading is measured for comparison to the initial values.

Permeabilities Calculation

Permeability measurements are based on the steady state method. Darcy's law is used for the two axial measurements:

$$\frac{Q}{A_a} = -\frac{k_{az}}{\mu} \frac{\Delta P_p}{L}, \quad (1)$$

where Q is the flow rate, A_a is the cross section of the sample, μ is the fluid viscosity, ΔP_p is the pressure differential, and L is the distance between the points of measurements. In the case of overall axial permeability measures ($k_{az,FL}$), L refers to the current length of the sample ($L \sim 80mm$); in the case of mid-length measures ($k_{az,ML}$), L refers to the spacing between the two pressure samplers ($L=60mm$).

For the two radial permeability measurements, a modified Darcy law is employed:

$$\frac{Q}{A_r} = -G \frac{k_r}{\mu} \frac{\Delta P_p}{D}, \quad (2)$$

where G is a geometrical factor introduced to take into account the non cylindrical shape of the flow lines generated along the sample diameter D by the radial flow ports of cross-sectional area A_r . Such geometrical factor was first determined analytically by COLLINS (1961) for a 2D transverse flow problem on a circular core, using a conformal mapping technique. More recently, BAI et al. (2002) calculated the geometrical factor using a finite element model for a three-dimensional geometry of a transverse flow in cylindrical core. This is done using the equation:

$$G = \frac{\Delta P_{cyl}}{\Delta P_p} = \frac{A_{eq}}{A_r}, \quad (3)$$

where ΔP_{cyl} corresponds to the equivalent differential pressure generated by a flow through a cylinder with a cross sectional area equals to A_r (conventional case for Darcy's law application) and A_{eq} is the unknown equivalent cross sectional area of true 'ellipsoidal' flow.

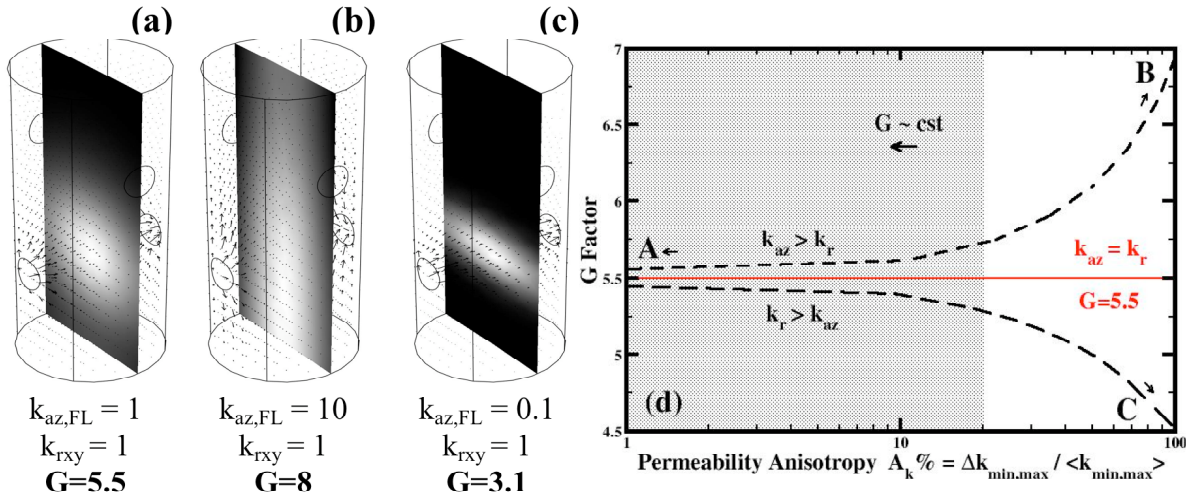


Figure 2

Geometrical model of the sleeve, radial velocity field and calculated Geometrical Factor G for different transverse permeability isotropy (a,A) $k_{az}=k_r$, (b,B) $k_{az}>k_r$, (c,C) $k_{az}<k_r$; (d) evolution of G factor with the permeability anisotropy factor.

For our specific experimental set-up, the geometrical factor has been determined under the assumption of isotropy, using a finite element simulation to solve the equation of flow at Darcy scale. The Finite Element model is presented in the figure 2. Considering a sample of diameter $D=38.1mm$ and length $L=80mm$ and a radial port of diameter $d=9mm$, we calculated a geometrical factor $G=5.5$ (see Fig. 2a). Nevertheless, it remains also critical to quantify the impact of permeability anisotropy on the transversal flow shape, and consequently on the geometrical factor value. Figure 2 illustrates the evolution of the geometrical factor with transversal isotropy. As clearly shown on Fig. 2b and Fig. 2c, anisotropy ratio covering two orders of axial permeability magnitude induces roughly a factor 2.5 on the G value. In addition, due to the low initial anisotropy of the studied sandstones, it seems acceptable to consider a constant value of 5.5 for the geometrical factor, for materials exhibiting anisotropy factor less than 20% (see Fig. 2d).

In order to estimate the accuracy of the permeabilities calculation, the following accuracies have been used for the different variables:

- Common variables for all measurements: volumic flow rate $u_Q \pm 1\%$, viscosity $u_\mu \pm 2,5\%$.
- Axial permeability variables: core length u_L (full-length case) $\pm 0.125\%$ and u_L (mid-length case) $\pm 0.25\%$, injection area $u_{Aa} \pm 0.5\%$, pressure differential $u_{\Delta P_p} \pm 1-2\%$ (mostly dependent of Q and the stability of flow).
- Radial permeability variables: diameter $u_Q \pm 0,25\%$, injection area $u_{Ar} \pm 2.2\%$, differential pressure $u_{\Delta P_p} \pm 5-10\%$ (mostly dependent of u_a and the stability of flow).

The accuracy calculation integrates also the error u_a related to the slope of the linear regression $Q/\Delta P_p$, which is expressed as the quadratic sum of the regression component:

$$u_a = \sqrt{a^2 \left(\left(\frac{u_Q}{Q} \right)^2 + \left(\frac{u_{\Delta P_p}}{\Delta P_p} \right)^2 \right)} + u_{reg\ a}^2 + \hat{e}_{sys} \quad (4)$$

with $u_{reg\ a}^2$ the uncertainty related to the linear regression and \hat{e}_{sys} the systematic error related to the slope offset. Then, the estimated uncertainty of the permeability was calculated using the formula:

$$u_k^2 = \left(\frac{L a}{S} \right)^2 u_\mu^2 + \left(\frac{\mu a}{S} \right)^2 u_L^2 + \left(\frac{-\mu L a}{S^2} \right)^2 u_s^2 + \left(\frac{\mu L}{S} \right)^2 u_a^2 \quad (5)$$

This estimated uncertainty depends strongly on the differential pressure stability during the measurement. As discussed above, the differential pressure response of radial injection is generally noisier due to flow instability; and consequently, the radial permeability uncertainty is higher. Depending on experiments, the uncertainty on both axial permeabilities remains close to $\pm 5\%$, whereas it ranges between $\pm 10-20\%$ for the radial direction.

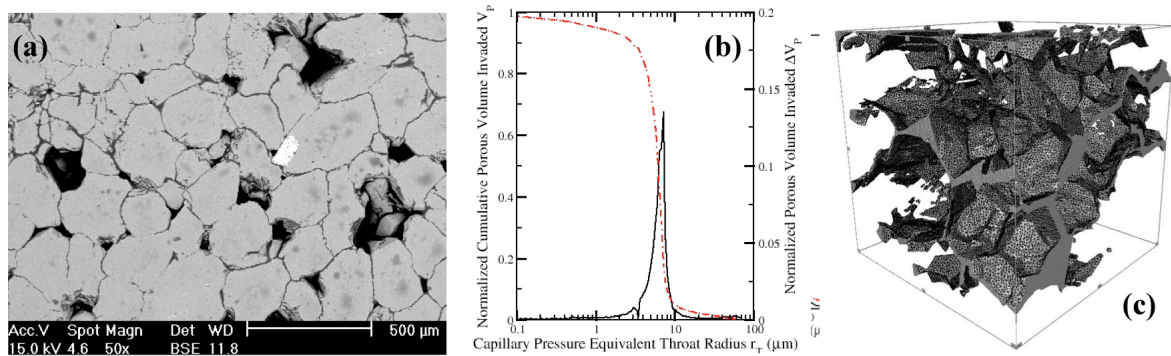
Characterization of Fontainebleau and Bentheimer Sandstones

Fontainebleau and Bentheimer sandstones (FS and BS) are well documented in the literature (see for instance KLEIN AND REUSCHLÉ, 2003 and SULEM AND OUFFROUKH, 2006b). Their composition is relatively simple and they have very different permeabilities which is a reason why they have been selected in this study. The Fontainebleau samples have been cored from a single bar obtained in the core warehouse of I.F.P. and the Bentheimer samples have been cored from a single block from the quarry of Nordhern in Germany.

The Fontainebleau sandstone is made of more than 99 % quartz grains. The grain cohesion is provided by siliceous cement deposited by fluid flow during the diagenetic process (GRISONI and THIRY, 1988). Scanning Electron Microscope (SEM) observations show a good sorting of the quartz grains around a grain size value of $250\mu\text{m}$. Figure 3a presents a typical microstructure recorded in Electron Back-Scattering mode. This technique allows detection of secondary phases. For instance, the light gray crystal in the central part of the figure is a rutile crystal that has indented a larger quartz particle during diagenesis. Most of the macroscopic measurable porosity value is due to large pores, which are interconnected by intergranular micro channels (or throats) at the grains boundaries. As shown on the figure 3b, the mercury injection curves reveal a narrow distribution of throats radii around a value of $7\mu\text{m}$, but the SEM observations and the micro tomography reconstruction (see Fig. 3c) yield a value closer to $1\mu\text{m}$. This discrepancy is essentially due to the shape of the throats in the

Fontainebleau sandstone far from the ideal cylindrical shape model used to calculate an equivalent pore throat radius for the Mercury capillary pressure curve.

Figure 3



Microstructural characterization of Fontainebleau sandstone: (a) SEM Image in BSE mode, (b) Hg porosimetry (up to 400MPa) and (c) pore volume extraction from a 1mm³ microtomography volume.

The Fontainebleau sandstone is made of more than 99 % quartz grains. The grain cohesion is provided by siliceous cement deposited by fluid flow during the diagenetic process (GRISONI and THIRY, 1988). Scanning Electron Microscope (SEM) observations show a good sorting of the quartz grains around a grain size value of 250μm. Figure 3a presents a typical microstructure recorded in Electron Back-Scattering mode. This technique allows detection of secondary phases. For instance, the light gray crystal in the central part of the figure is a rutile crystal that has indented a larger quartz particle during diagenesis. Most of the macroscopic measurable porosity value is due to large pores, which are interconnected by intergranular micro channels (or throats) at the grains boundaries. As shown on the figure 3b, the mercury injection curves reveal a narrow distribution of throats radii around a value of 7μm, but the SEM observations and the micro tomography reconstruction (see Fig. 3c) yield a value closer to 1 μm. This discrepancy is essentially due to the shape of the throats in the Fontainebleau sandstone far from the ideal cylindrical shape model used to calculate an equivalent pore throat radius for the Mercury capillary pressure curve.

The very large range of porosity values from 2% to 30% of Fontainebleau sandstones has been previously interpreted to result from spatial heterogeneities of the diagenetic fluid flows BOURBIE and ZINSZNER (1985). This large range of porosity values leads to large variation of the permeability. The two samples that we have tested present different porosities of ~5.8% and ~8%, but their permeabilities differ by one order of magnitude, since it varies between ~2.5mD and ~30mD (see initial porosity and axial permeabilities values measured with our experimental set-up in table 1).

The Bentheimer sandstone is composed of 95% of quartz, a small fraction of altered feldspars (less than 2%) and approximately 3% of clay homogeneously distributed in the rock matrix. The quartz grains are well sorted around a value of 200μm. Bentheimer sandstone exhibits larger permeability values ($k_{az,ML} \sim 2.9D$ and $k_{az,FL} \sim 1.5D$) associated to one large porosity of about 24% and to a larger size of pore throats homogeneously distributed around 20μm as shown by the Mercury porosimetry curve in figure 4. The feldspar alteration also contributes to the porosity connectivity. SEM investigations show that the intergranular contacts are narrower than for the Fontainebleau sandstone, hence the radii of throats are larger and consequently the permeability is much higher. Because the Bentheimer sandstone is quite homogeneous, permeability measurements were also

performed on additional cores on a classical permeameter giving a permeability value of $\sim 1.6D$ close to the value obtained for the full-length axial permeability measured with our set-up. The important discrepancy observed between the two methods of axial permeability measurements (full-length vs mid-length) will be discussed in term of end effects in a further section. Note that for the Fontainebleau sandstone, we did not have enough available material to plug additional samples of required dimension for measurement with the classical permeameter.

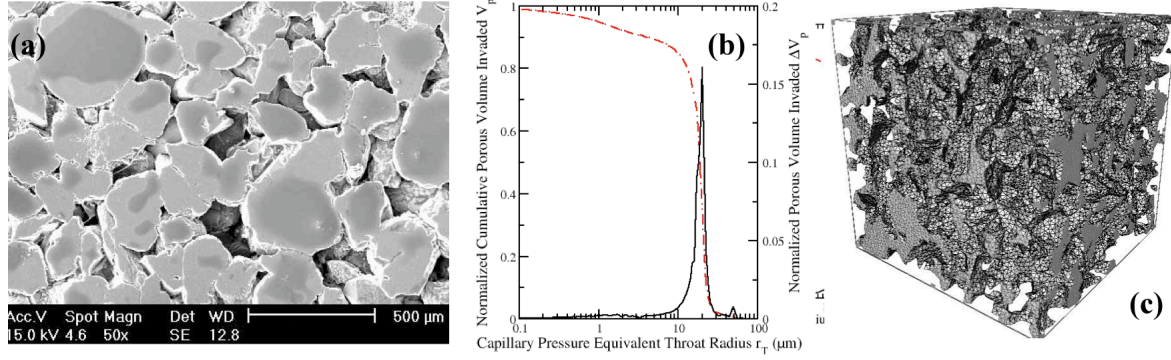


Figure 4

Microstructural characterization of Bentheimer sandstone: (a) SEM Image in SE mode, (b) Hg porosimetry (up to 400MPa) and (c) pore volume extraction from a 6mm³ microtomography volume.

The difference of permeability between the two sandstones is in agreement with the observed shift of the pore throat radii distribution peak estimated from the Hg porosimetry. Indeed, since the local viscous dissipation varies as the power four of the characteristic dimension of the pore throats (hydrodynamic radius) and the pressure drops are located almost exclusively in the throats, the permeability is expected to follow roughly $k \propto \overline{r_t}^{-4}$ and then $k_{BS}/k_{FS} \approx (\overline{r_{t,BS}}/\overline{r_{t,FS}})^4$.

Directional Permeability Evolutions under Hydrostatic Loading

Low Permeability Fontainebleau Sandstone

The initial porosity values of the two tested samples of Fontainebleau sandstones FS1 and FS2 are respectively 5.8% and 8%. The hydrostatic compression tests have been started at low confining pressures, $P_c=6MPa$ for FS1 sample and $P_c=3MPa$ for FS2 sample, in order to ensure sealing of the core sleeve. At this stage, we perform a first set of permeability measurements in each direction ($k_{az,FL}^0, k_{az,ML}^0, k_{rx}^0$ and k_{ry}^0) reported in table 1. Both full-length and mid-length axial permeability measurements are well correlated close to 2.5mD and 30mD for FS1 and FS2 respectively, whereas the radial permeability exhibits a higher value close to 4.7mD for FS1 and a lower value close to 19.6mD for FS2. This ‘apparent’ permeability anisotropy is in disagreement with the known homogeneity and low structural anisotropy of the Fontainebleau sandstone (CLAVAUD et al., 2008); this discrepancy seems mostly induced by fluctuations of radial flow conditions, as it will be discussed further.

Despite the small porosity value differences between the two samples, we observe a high permeability variability in this porosity range, as previously described by BOURBIE and ZINSZNER (1985). The hydrostatic compression tests have been performed on the Fontainebleau Sandstone in a stepwise manner from the initial confining pressure up to 65MPa . For each pressure step, the variation of porous volume and the strains of the sample are monitored. After an equilibration time for deformation, we measure the permeability in each direction using the protocol previously described.

In figure 5, we present the porosity evolution inferred from the variation of porous volume measurements and also the absolute and normalized directional permeability evolutions with the mean effective pressure ($P_{eff} = P_c - P_p$) obtained on the two Fontainebleau sandstone cores FS1 and FS2. In the following, we consider the effective pressure nearly equal to the isostatic pressure, since the pore pressure remains constant at 1MPa . By convention, the solid lines and open symbol represent the permeability in the axial direction z , measured stepwise on the full sample length $k_{az,FL}$ (circle) and on the middle length $k_{az,ML}$ (square), whereas the dashed lines and full symbols represent the results obtained for the radial permeability k_{rx} (triangle up) and k_{ry} (triangle down).

The porosity decreases slightly from 5.80% to 5.57% for FS1 and from 7.96% to 7.47% for FS2. In a first stage of confining pressure up to 20MPa , the porosity response is non linear and then varies almost linearly up to 60MPa in both experiments. After unloading back to the initial pressure, the porosity of FS1 exhibits an hysteresis with a residual value of 5.75%. The response of the Fontainebleau sandstone is therefore almost elastic with a non linear behaviour in the early stage of the compression, characterized by a slight non reversible deformation of the porous volume.

For the FS1 sample, the full-length axial permeability $k_{az,FL}$ evolution shows a rapid decrease of 30% of the initial value 2.47mD until a pressure of 22MPa . Above this pressure, which is commonly assumed to be the closure pressure of pre-existing microcracks (DAVID et al., 1994), the general trend becomes close to a slow linear decrease with a slope of $2.1\text{E-}3\text{MPa}^{-1}$. The minimum permeability reaches a value of 1.53mD . After unloading, we measure a residual permeability of 1.89mD . These results contrast with the evolution of the mid-length permeability $k_{az,ML}$. Indeed, the trend of permeability loss remains linear with a slope of $3.1\text{E-}3\text{MPa}^{-1}$ during the complete loading. The absolute radial permeability shows a more pronounced linear response with a slope of $6.7\text{E-}3\text{MPa}^{-1}$ without evidence of non linear response at the early stage of compression to reach a value of 3.27mD at 50MPa . The last measurement at 57MPa could not be achieved.

Considering the results obtained on FS1, the hydrostatic compression test performed on FS2 is started at lower pressure $P_c^0 = 3\text{MPa}$ and we increased the number of loading steps to better identify the transition between the pseudo-elastic regime characterized by strong and non linear permeability drop and the elastic regime characterized by linear behaviour.

As previously observed for FS1, axial full-length permeability $k_{az,FL}$ strongly decreases from 31.14mD to 17.41mD at 30MPa . But above this pressure, the general trend is very difficult to define, because unexpectedly the permeability increases at 35MPa to reach 23.71mD and later follows a linear evolution with a slope of $1.95\text{E-}3\text{MPa}^{-1}$ up to 55MPa . The mid-length axial permeability $k_{az,ML}$, of initial value 29.27mD , exhibits a weak diminution of almost 10% until 20MPa , and records a total decrease of less than 15% at the final effective pressure of 55MPa , with a permeability value of 24.71mD . After unloading, the residual full-length and mid-length axial permeabilities show close values of respectively 25.20mD and 26.11mD .

The radial permeability k_{rx} drops drastically from $19.60mD$ to $\sim 8mD$ during the first pressure steps up to $10MPa$. Above this pressure, the permeability keeps more or less a constant value, given the error estimate. After unloading back to $P_c=3MPa$, the residual radial permeability value is equal to $9.64mD$.

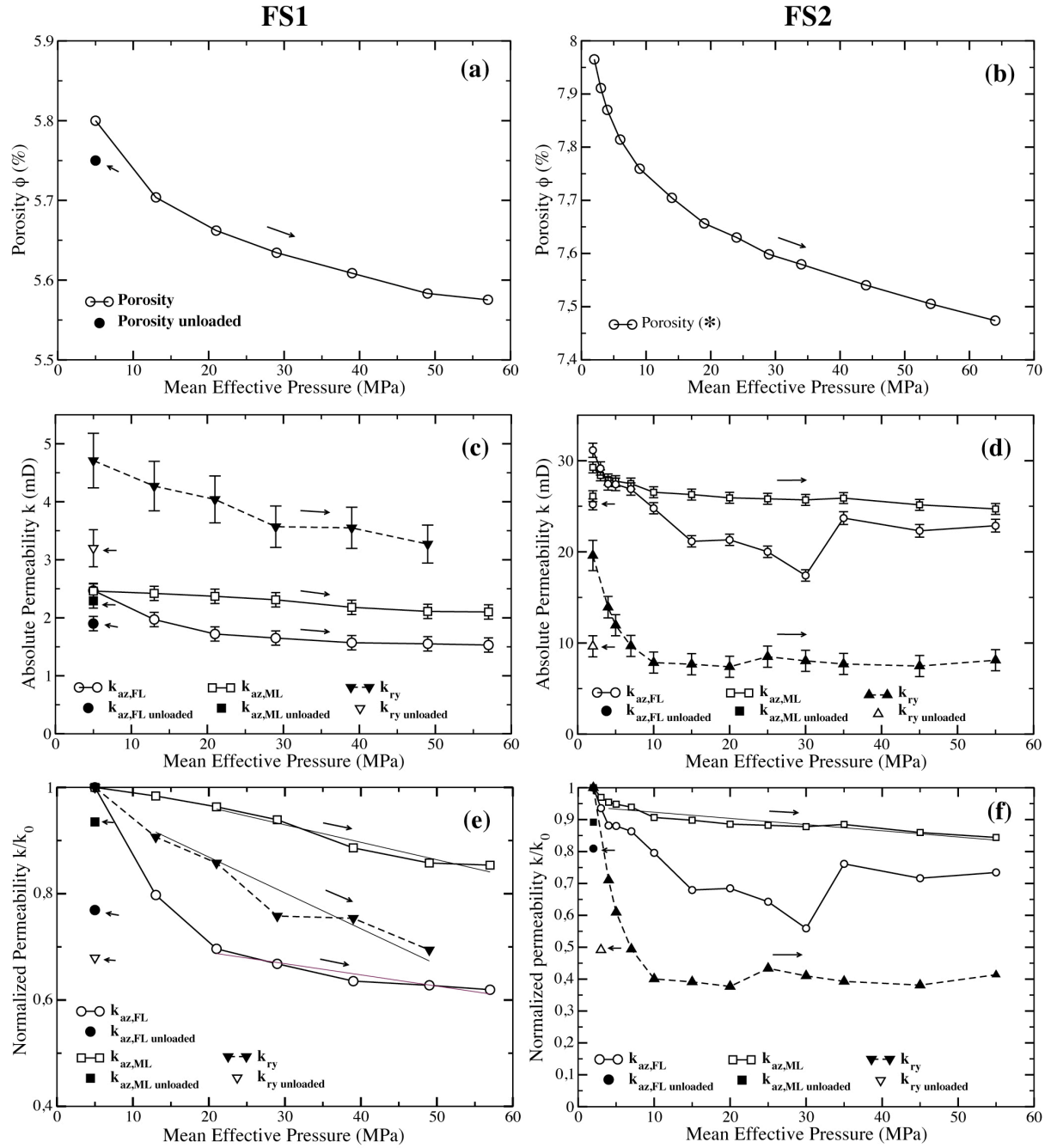


Figure 5

Porosity, absolute directional permeabilities and normalized directional permeabilities evolutions with the mean effective pressure for the FS1 (respectively (a), (c) and (e)) and FS2 (respectively (b), (d) and (f)) samples.

Arrows show the loading/unloading paths; inverted filling properties of symbols refer to values at unloaded states (pressure decreased back to the initial value, $P_c=6MPa$ for FS1 and $P_c=3MPa$ for FS2); symbol * stands for: unloaded porosity value of FS2 sample could not be determinate due to a pump leak during the unloading.

Table 1: Petrophysical parameters of the tested Fontainebleau samples FS1 and FS2, measured at the initial and final stages of the hydrostatic loading and after unloading. The symbol - refers to improper conditions for permeability measurement (either unstable pressure differential or plugging of the flow/pressure ports) or for porosity measurement (leak on pore fluid lines).

Sample	FS1			FS2		
Pressure Level	Initial at 5MPa	Final at 57MPa	Residual at 5MPa	Initial at 3MPa	Final at 55MPa	Residual at 3MPa
Porosity (%)	5.80	5.57	5.75	7.96	7.47	-
$k_{az,FL}(mD)$	2.47	1.53	1.89	31.14	22.87	25.20
$k_{az,ML}(mD)$	2.46	2.10	2.29	29.27	24.71	26.11
$k_{rx}(mD)$	-	-	-	19.60	8.11	9.64
$k_{ry}(mD)$	4.71	-(→3.)	3.19	-	-	-

High Permeability Bentheimer Sandstone

With Bentheimer sandstone, we perform both stepwise and continuous hydrostatic loading experiments. The initial axial permeabilities $k_{az,FL}^0$ and $k_{az,ML}^0$ measured at 3MPa are respectively 1774mD and 2891mD. Both axial measurements are expected to be approximatively the same, but we find the mid-length value to be ~1.6 time higher than the full-length value. A similar discrepancy has also been observed by KORSNES et al. (2006), who used a similar experimental apparatus. The radial permeability k_{rx}^0 calculated with a Geometric Factor $G = 5.5$ (equation 3) yields an intermediate value of 2335mD.

Figure 6 shows the evolution of the porosity with the increasing effective pressure. The porosity decreases from 24.4% to 23.6%. As previously observed for the Fontainebleau sandstone, the porosity response is non-linear until 20MPa and then evolves linearly up to 65MPa. After unloading at 2MPa, a pronounced hysteresis has been observed and the new residual porosity value is equal to 24.0%. The superimposed continuous curve has been obtained from continuous loading cycles performed after unloading to $P_c=3MPa$.

On figure 6, we also present the evolution of directional permeabilities acquired during both stepwise and continuous loading. The results obtained from stepwise loading show a moderate response of the permeabilities with the confining pressure increase, essentially due to rather high porosity and large pore throats of the Bentheimer sandstone. Indeed, the mid-length axial permeability only shows a slight decrease, less than 10% below 10MPa. The full-length permeability shows a more pronounced decrease of almost 50% up to 20MPa. From 20MPa to 65MPa, this permeability decreases linearly with a slope of $2.14E-3MPa^{-1}$. The general trend on the radial permeability is not clear, but its evolution presents an intermediate behaviour with high fluctuations. After unloading, we have measured the residual permeabilities $k_{az,FL}^r, k_{az,ML}^r, k_{ry}^r$ respectively equal to 1185mD, 2816mD and 2151mD.

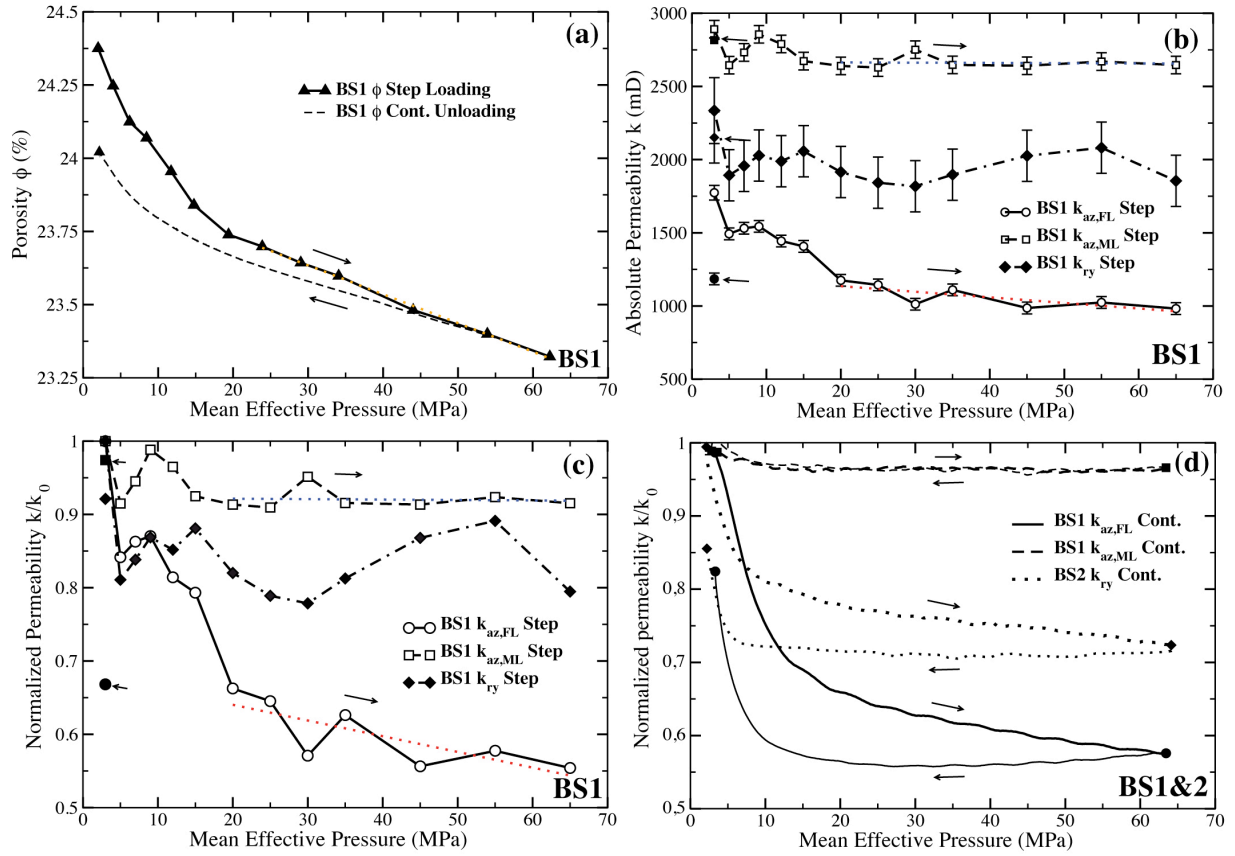


Figure 6

Evolutions of (a) porosity, (b) absolute directional permeabilities, (c) and (d) normalized directional permeabilities evolutions during respectively ((a), (b), (c)) stepwise and (d) continuous hydrostatic compression tests. Arrows show the loading / unloading paths; inverted filling properties of symbols refer to values at the unloaded states (here, $P_c = 3 \text{ MPa}$).

To limit differed local mechanisms of inelastic deformation for stress accommodation, which could influence the permeability measurements at constant confining pressure, we perform cycles of continuous loading with a rate of $0.1 \text{ MPa} \cdot \text{min}^{-1}$. For instance, similar procedure of continuous permeability measurements during triaxial loading is discussed by HEILAND and RAAB (2000). We have measured each continuous directional permeability during two cycles of loading/unloading, taking into account the axial and radial strains of the sample. As shown on figure 6, the results obtained by this method are in good agreement with those obtained step by step and are less disrupted by experimental fluctuations. Those results confirm the loss of the permeability values $k_{az,FL}$, $k_{az,ML}$ and k_{ry} of almost 40%, 10% and 25% observed during the first loading cycle. As previously pointed out, the permeability drop does not occur in the same range of pressure. Indeed, the most important drop is recorded up to 25 MPa for $k_{az,FL}$, 10 MPa for k_{ry} and is negligible for $k_{az,ML}$. Independently of the measurement direction, we also observe a delay in the permeability response during the sample unloading most probably due to frictional effects.

Directional Permeability Evolutions under "Uniaxial" Loading

Transport properties of rocks are strongly influenced by the type of deformation regime. In this section, we aim at characterizing the influence of shear band generation and the importance of the evolutions of grain scale microstructures on the permeability anisotropy. We also highlight the ability of our apparatus to follow the directional response with regard to strong modification of microstructures. The uniaxial compressive strength of Fontainebleau sandstone exceeds the maximum axial stress accessible with our experimental set-up, therefore we did not observe brittle failure of the sample and thus any major effects on the directional permeabilities. Hence, we only present the results of three experiments obtained on the Bentheimer sandstone.

We have performed deformation and directional permeabilities measurements under continuous triaxial loading at low confining pressure. The principal objective is to be close to the true uniaxial conditions (i.e., without confining pressure), although the application of a low confining pressure ($P_c^0 = 3\text{MPa}$) is necessary to insure an initial sealing of the core sleeve. The axial load is then continuously increased at a rate of $0.5\text{MPa}\cdot\text{min}^{-1}$ until failure of the samples. During loading, pressure differential is monitored for each experiment in a given measurement direction and the directional permeabilities $k_{az,FL}$, $k_{az,ML}$ and k_r are calculated on three different samples.

Prior to axial loading, a first set of permeabilities measurements is taken in each direction $\{k_{az,FL}^0, k_{az,ML}^0 \text{ and } k_r^0\}$ (see Table 2) at hydrostatic condition. Again we observe differences within factor from 1.9 to 2.4 for both axial permeabilities measurements. Regarding the axial and radial permeability measurements, the full-length axial permeability is almost 1.9 times less than the radial permeability value.

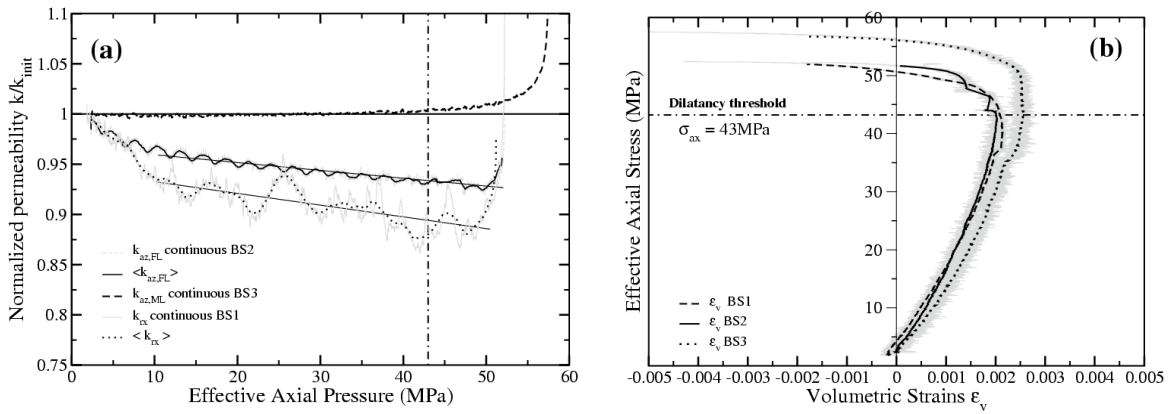


Figure 7

Evolutions of **(a)** directional permeability and **(b)** volumetric strains during continuous triaxial loading performed at low confining pressure ($P_c=3\text{MPa}$) on three Bentheimer sandstone samples BS1, BS2 and BS3. The average dilatancy threshold occurring at axial stress of $\sim 43\text{MPa}$ is highlighted by dashed lines on the two figures.

As illustrated on figure 7a, at first, axial full-length and radial permeabilities decrease steeply. Next, a nearly linear regime is observed up to 47MPa with slopes equal to $7.8\text{E-}4\text{MPa}^{-1}$ and $1.15\text{E-}4\text{MPa}^{-1}$ for axial full-length and radial permeability respectively. This stress corresponds to the dilatancy threshold (see Fig. 7b) and beyond this value, one records an important increase of the permeability independently of the measurement directions. Note that the radial injection conditions

might change locally leading to fluctuations of the pressure differential between the radial inlet and outlet and hence to a noisier signal than the one obtained on the evolution of axial full-length permeability. After the failure point, the pressure differential strongly diverges and cannot be related to permeability anymore. The mid-length axial permeability follows a different trend without significant evolution until the dilatancy threshold, and increases sharply after this point.

The critical failure pressure P_{C*} is reached at 52.5MPa for the two first tested samples BS1 and BS2, whereas critical failure P_{C*} occurs at 57MPa for the last sample BS3; this higher strength could be explained by the fact that the last tested sample has not been subjected to hydrostatic loading cycles.

After failure, the axial stress is decreased back to its initial value and a new set of directional permeability is performed. The permeability values measured after unloading are presented in the table 2. Note that the geometrical factor G used for the radial permeability is kept constant to 5.5, and consequently the absolute permeability value could be significantly influenced by this approximation. In fact, it is the evolution of the differential pressure, which actually provides qualitative information on the flow properties along the fracture. The full-length axial permeability of BS1 increases slightly by a factor of 1.3, the mid-length is almost unaffected, and the radial permeability decreases strongly by a factor 3.4. From the measurements performed on BS2 and BS3, the failure induces a slight decrease of the axial permeability. Therefore, the radial permeability measurements present about 12% to 32% decrease from its initial value, according to the measurement direction.

In order to understand how the failure mode could affect the directional permeability values, the sample have been delicately taken out of the core sleeve and oriented with respect to the injection directions and local pore pressure samplers positions. While the failure direction is clearly identified on the sample surface, we have performed CT-scan profiles of the sample along the 3 directions of performed flows. As shown on the figure 8, the principal shear band extends from the top to the bottom of the sample with a propagation angle close to 30° . The failure is also sub-perpendicular to one of the radial injection direction. Several conjugated fractures are visible by tomography analysis and their formation is probably related to the pressure control operation mode of our set-up leading to the inability to control the post-peak behaviour (i.e. after the dilatancy initiation). Our experimental set-up does not allow the control of the strain rate applied on the sample, thus after brittle failure, the radial axial stress still remains sufficient to further activate shear and to increase grain scale damage within the band.

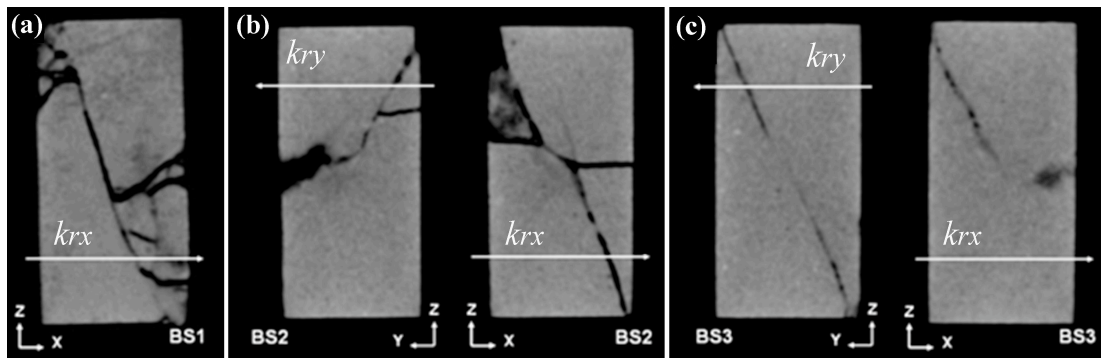


Figure 8

Tomography-RX slices of the Bentheimer sandstone samples (a) BS1, (b) BS2 and (c) BS3 subjected to 'uniaxial' compressions leading to brittle failure. The presented slices correspond to the planes in which the radial permeability measurement was performed.

It is known that the response in term of porosity is highly related to the microstructure of the shear band (VAJDOVA et al., 2004). In a recent study, SULEM AND OUFFROUKH (2006a) have shown by image processing analysis an increase of the porosity inside the band and little grain crushing at low confining pressure. The authors related this observation to a dilating shear banding. The increase of the porosity in the band can explain the axial permeability increase, whereas the high permeability decrease recorded in the transverse direction of the band could be related to the important sliding of sample blocks along the band, associated with intensive grain crushing after post peak. As clearly shown on Fig. 8, we observe that the radial permeability decreases mostly where the flow lines intersect an intensively damaged zone.

Table 2: Petrophysical parameters of the three Bentheimer samples BS1, BS2 and BS3, measured before and after the brittle failure at confining pressure of 3MPa. For BS1 permeabilities values, () refer to measurements before hydrostatic cycling. The symbol - refers to improper conditions for permeability measurement (either unstable pressure differential or plugging of the flow/pressure ports). The symbols (\nearrow , \searrow , \rightarrow) refer respectively to the increase, the decrease or the stability of the permeability in the investigated direction.

Sample	BS1 (k_{rx}^{cont}) (DAUTRIAT et al., 2009)			BS2 ($k_{az,FL}^{cont}$)			BS3 ($k_{az,ML}^{cont}$)		
Porosity (%)	24.4			24.4			23.8		
Initial State	Hydrostatic cycles Pre-strained			No preliminary hydrostatic cycling			No preliminary hydrostatic cycling		
Permeability	k_{init} at 3MPa	\nearrow	k_{C^*} at 3MPa	k_{init} at 3MPa	\rightarrow	k_{C^*} at 3MPa	k_{init} at 3MPa	\searrow	k_{C^*} at 3MPa
$k_{az,FL}$ (mD)	(1774) 1185	\nearrow	1560	1347	\rightarrow	1315	1234	\searrow	1089
$k_{az,ML}$ (mD)	(2891) 2816	\nearrow	2985	-	-	-	2826	\searrow	2120
k_{rx} (mD)	(2335) 2139	\searrow	631	2571	\searrow	2244	2363	\searrow	1667
k_{ry} (mD)	(2811) -	-	-	2620	\searrow	2086	2097	\searrow	1408

Discussion of the Experimental Results

The permeability of numerous rock types has been extensively studied under hydrostatic conditions (ZOBACK and BYERLEE, 1975a; WALSH and BRACE, 1984; DAVID et al., 1994) and triaxial conditions (VAJDOVA et al., 2004) in order to establish effective pressure dependency of the permeability. From those studies, the authors have shown a decrease of the permeability with the effective pressure depending on three distinct phases. During the first increments of effective pressure, a high reduction permeability is observed and described by DAVID et al. (1994) as a probable microcracks closure. The rate of permeability reduction decreases at high confining pressure and the authors showed an exponential evolution of the permeability with the effective isostatic pressure. When the effective pressure is further increased, the permeability exhibits a drastic drop at the critical pressure, indicating the onset of inelastic deformation, characterized by pore collapse, commonly associated to intensive grain crushing (ZHANG et al., 1990a). The average critical pressure is about to 200MPa in sandstones, but it depends essentially on the initial porosity value of tested

material. Due to the limitations of our experimental set-up, we are not able to reach the pore collapse pressure of the Fontainebleau and Bentheimer sandstone. However, we mostly focus our interest on the first two regimes of permeability reduction mechanisms. In most cases, the pressure dependencies of the permeability have been determined using the overall pressure drop over the complete length of the sample. The results obtained with the additional sampling of pressure drop on the middle length of the sample provide a complementary explanation for the drastic permeability drop occurring at low effective pressure.

Evidence of End Effects on Axial Permeability

The presented results on Bentheimer sandstone show that axial permeabilities measured by the two different methods differed strongly at the beginning of loading. The same kind of discrepancy factor has been observed by KORSNES et al. (2006) under deviatoric stresses on both chalk and sandstone samples. The authors used a modified core sleeve allowing the measurement of mid-length permeability as in our study; they found a discrepancy factor of 1.2 to 2.4 between the two axial measurements, as we do on the Bentheimer sandstone. They concluded that end effects occurring at the sample/piston interface were responsible for these initial discrepancies.

Conversely to the Bentheimer sandstone, the initial axial permeabilities measured on the Fontainebleau sandstone samples show strictly the same value (according to the estimated error). Because of different microstructures, the two sandstones may exhibit different response to end effects in term of permeability damage on the first 3MPa of loading. Mechanical preparation, such as sample cutting, may also induce some near surface damage. Such effects may be more pronounced for the loosely packed Bentheimer sandstone.

In addition, KORSNES et al. (2006) did not report different evolutions divergences with increasing pressure; conversely we have observed different trends depending on the measurements method. Indeed, for the three samples subjected to hydrostatic loading, the preliminary non-elastic regime response of the permeability is more pronounced for the full-length measurement (30 to 50% of the initial value), than for the mid-length measurement (less than 10% of initial value if it occurred). The porosity response also has showed the same non-linear evolution in the range of low effective pressure. Furthermore, the porosity of the Bentheimer sandstone showed a hysteresis and the residual value at 3MPa is 24%. These observations suggest closure of a limited part of the pore volume, but this mechanism alone cannot explain the discrepancies of the permeabilities evolution. We also suspect end effects to induce higher deformation of the sample at the contact of the pistons. FORTIN et al. (2005) have shown that during compression experiments on the Bentheimer sandstone, the acoustic emission relocalization highlighted a compressive damage area close to the interface between the pistons and the sample at an early stage of compression. This early localized compaction could explain pronounced inelastic behavior of the full-length axial permeability, while the mid-length permeability remains unaffected due to the distance of the pressure samplers from the core ends.

FEM Modelisation of End Effects on Strain Localization

We have performed FEM computations in order to estimate the effects of boundary conditions and sample geometry on the stress distribution within the sample. The samples are assumed to be homogeneous and to behave as isotropic linear elastic materials.

The ideal test assumes lubrication between piston and sample, in practice the situation is closer to perfect adherence without slip, and this is even more so when there is a groove in the piston head which may indent the sample. The pistons are made of a titanium alloy with a Young's modulus at least ten times larger than the modulus of sandstone $E_{sample}=10.3GPa$ and $E_{pistons}=114GPa$ and also a different Poisson's ratio $\nu_{sample}=0.2$ and $\nu_{pistons}=0.24$. At the interfaces (top and bottom) between piston and sample, the strain incompatibilities induce local stress gradients. A FEM computation cannot exactly reproduce the experimental end conditions but allows the check of assumptions which provide bounds to the actual conditions.

A mesh of 9-noded quadrilateral elements with initial square sections of $1mm^2$ is used. The exact dimensions of the cylindrical samples are given and one replaces the actual pistons by two additional cylinders of 20 mm height and same diameter. A perfect link is assumed at the two interfaces piston/sample assembly. The behavior remains elastic, and the load is applied by using pressure elements at the top and around the assembly pistons-sample. One can thus easily perform the two virtual tests of hydrostatic loading (same pressure, chosen as $10MPa$) and uniaxial loading with small confining pressure ($10MPa$ on top and $3MPa$ around).

The figure 9 presents the results of the simulation of both configuration tests with regard of axial, radial, shear and equivalent stresses inhomogeneities. The simulation show that ends of the sample are regions where high stress gradients appear; in particular, there is a departure from hydrostatic conditions, although the middle of the sample remains under hydrostatic stress state. The axial stress in both loading cases (Fig. 9a and Fig. 9f) is larger in magnitude near the interface and also at the outside edges of the samples. Its variation along the sample axis is not uniform but after a region where it remains constant, it decreases at first and then increases again near the pistons. There is a lens shaped region near each end where the axial stress is slightly smaller than everywhere else. In addition, the radial stress (Fig. 9b and Fig. 9g) is fairly uniform in the middle region and compressive, it is however rapidly varying very near the interfaces and a shear stress also develops at the interfaces, more pronounced in the hydrostatic case (Fig. 9c). In the grooved pistons case (Fig. 9e), there is no evidence of larger zone of heterogeneity than in the simple configuration. The effect remains local but induces a larger perturbation of the isocontours of stresses.

Assuming the homogeneity of the model and its purely elastic behaviour, it remains to be seen whether these variations are responsible for early damage of the samples. Indeed, the simulations exhibit a high inhomogeneity of the stress states near the sample ends, especially during the hydrostatic loading. Due to their structural heterogeneities, the sandstones may be very sensitive to this not purely hydrostatic stress field, which could be responsible for stress localization within the grains boundaries and local grain rearrangements near the pistons contacts. The simulations results support the experimental observations, and would efficiently explain the high permeability drops observed on the full-length axial permeability.

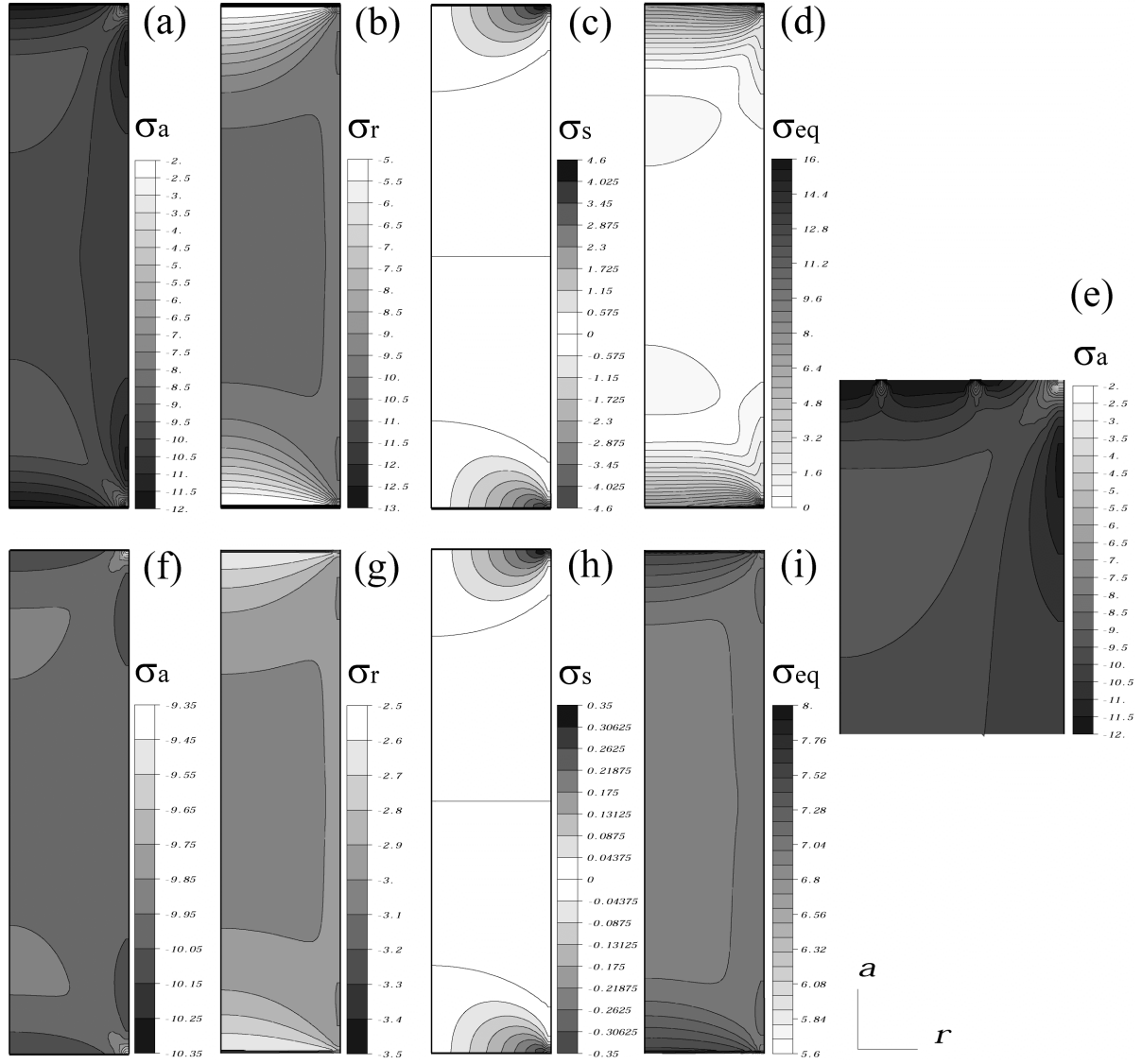


Figure 9

Results of FEM simulation for both hydrostatic at 10MPa (top) and axial at 10MPa with low 3MPa confining pressure (bottom) loading, and representations of the axial (a,f), radial (b,g), shear (c,h) and equivalent (d,i) stresses fields within the sample (unit in MPa). (e) Focus on the influence of the grooved piston on the axial stress at the interface between the sample and the upper piston, for the hydrostatic configuration.

Radial Injection Conditions Fluctuations during Compression Experiments

We have showed and simulated how the mechanical response of the samples could generate a strong loss of the axial permeability during the beginning of pressure increase. Similarly experimental results indicate end effects on the radial permeability measurements, but these are related to the experimental set-up and data retrieval procedure. Firstly, we find a systematic weak discrepancy factor between initial axial and radial permeability values. This factor varies from +1.9 and -1.4 for the FS1 and FS2 samples respectively, and of 1.4 for the Bentheimer sandstone, while LOUIS et al. (2003) and BENSON et al. (2005) have shown slight permeability anisotropy for the Bentheimer sandstone. This discrepancy is most likely related to the Geometric Factor G introduced in equation

(2) to calculate the radial permeability; experimental radial fluid injection could indeed differ from the simple geometry used in our FEM model. Secondly, we have observed an important loss of the radial permeability until a confining pressure of 10MPa from 20% for the Bentheimer sandstone of the initial value to 60% for the FS2 sample. Those strong evolutions are not observed on the FS1 sample that is subjected to higher initial confining pressure of 6MPa . The important loss of radial permeability could not be explained only by the response of the sandstone sample, but also by an intensive deformation of fiber within the Al316 spacers placed between injectors and sample surface. To understand how the discs are deformed during the compression tests, we have observed the microstructure of as-received and deformed discs by microtomography imaging analysis (see Figure 10). The undeformed disc exhibits two superposed layers with averaging mesh aperture of $10\text{ }\mu\text{m}$ (transect A-B) and $25\text{ }\mu\text{m}$ (transect C-D) for an averaging thickness of $600\text{ }\mu\text{m}$, whereas the deformed disc is inhomogeneously compacted by up to $200\text{ }\mu\text{m}$. The most porous layer is the most intensively strained.

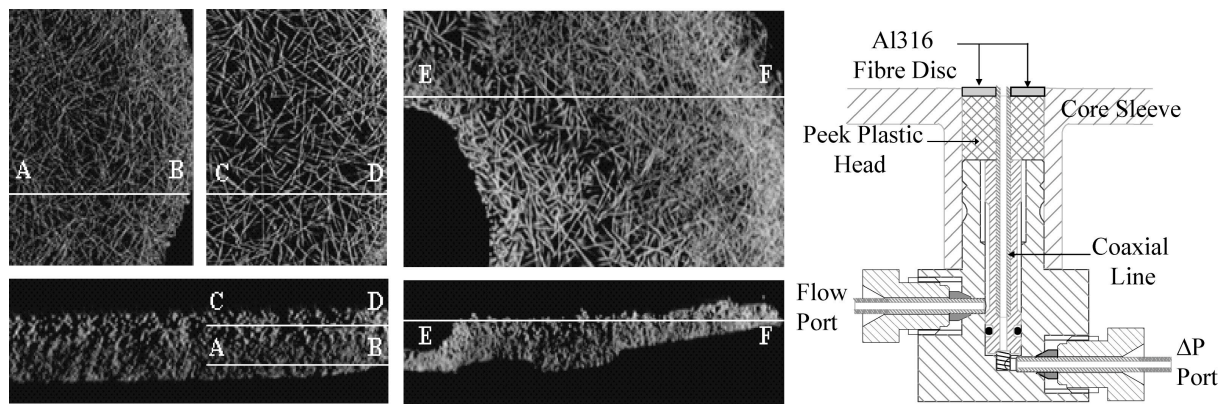


Figure 10

Microtomography slices of Al-316 fiber discs in (left) underformed (0.5mm thickness) and (center) deformed states; (right) drawing showing the fiber disc position on a radial flow port.

These high deformations of the discs might have reduced drastically their permeabilities and certainly induced important perturbation of the flow conditions at the inlet and the outlet of the injectors. The deformation of the discs could have been more pronounced during the first steps of confining pressure increase, which could explain efficiently the drastic drop of radial permeabilities. The impact of the discs strains on their permeabilities is very difficult to quantify; we suggest that experimental measurements performed above 10MPa might be representative of sample behaviour. Nevertheless, the discs are needed to perform radial flows; indeed, compression tests performed without the discs lead to clogging of the injectors and the loss of the radial measurements capacity.

Conclusions

Our first experiments validate a new triaxial cell specifically designed for multi-directional permeability measurements in reservoir rocks under hydrostatic and deviatoric stresses. We have used two types of sandstones covering a wide range of porosity (from 5.8 to 24.4%) and permeabilities

(from 2.5 to 3000mD). Classical axial permeability measurements on Fontainebleau sandstone with our set-up are in very good agreement with other experiments and models from the literature.

However, our classical axial (full-length) and radial permeability measurements are very sensitive at the beginning of the hydrostatic loading both for Fontainebleau and Bentheimer sandstones. The evolutions of permeabilities are characterized, in most cases, by an initial strong decrease followed by a slight linear variation. In contrast, the innovative axial mid-length measurements present a more moderate and steady evolution. Our experimental results and FEM simulations suggest stress inhomogeneities (variation in magnitude and triaxiality) in the vicinity of the piston/sample interfaces which may induce local microstructural evolutions (damage at the grain scale or pore collapse) which in turn might strongly reduce the full-length axial permeability. Such end effects would not affect the mid-length axial permeability measurements, which is what we observe.

Our work clearly shows that hydromechanical end effects can affect significantly the standard permeability measurements using classical permeameter, even on consolidated rocks, like sandstones, thought to be less sensitive. This may lead to erroneous micromechanical interpretation of permeability reduction and also to an over-estimation of the permeability decrease with overburden stress or effective stress evolution, potentially critical for field case developments. Experimental data of pressure dependent permeability, reported in the literature, should therefore be considered with care. Recent experiments performed on carbonates showed less pronounced end-effects, suggesting mineralogical and/or microstructural influences.

As for the radial permeability evolutions, we have clearly observed, after loading, microstructural evolutions of the A1316 spacers inserted between the sample and the flow lines that could explain the initial loss of radial permeability.

Additional uniaxial loading experiments do confirm the influence of shear band formation on radial permeability, which is strongly reduced owing to grain crushing and densification within the shear band. These motivating results show the interest of directional measurements during a single loading experiment to investigate more efficiently the influence of high deformation on generated anisotropy. With regards to the pressure limit of our experimental set-up (69MPa) and the high strength of sandstones samples, we are only able to investigate the influence of brittle failure regime on the permeability evolution. Nevertheless, preliminary experiments performed on soft carbonates allow to reach higher deformation regimes, such as shear enhanced compaction regime, and provide new set of data to understand the influence of stress paths on permeability anisotropy evolutions.

Acknowledgements

The authors would like to thank Eric Ferne at I.F.P. and Serge Chancholle at L.M.S. for valuable technical assistance with the directional flow triaxial set-up. We also thank Elisabeth Bemer for helpful suggestions on the geomechanical aspects of this work. We are grateful to Daniel Caldemaison for access to SEM at L.M.S., to Elisabeth Rosenberg and Souhail Youssef for microtomography acquisition and volume reconstruction at I.F.P. The support of Olga Vizika and Jean-Marc Lombard in this project is also acknowledged.

REFERENCES

- AL-HARTY, S.S., JING, X.D., MARSDEN, J.R., and DENNIS, J.W. (1999), *Petrophysical properties of sandstones under true triaxial stresses I: Directional transport characteristics and pore volume change*, SPE 57287.
- BAI, M., MENG, F., ROEGIERS, J.C., and GREEN, S. (2002), *Improved Determination of Stress-Dependent permeability for Anisotropic Formations*, SPE 78188.
- BENSON, P.M., MEREDITH, P.G., PLATZMAN, E.S., and WHITE, R.E. (2005), *Pore fabric shape anisotropy in porous sandstones and its relation to elastic wave velocity and permeability anisotropy under hydrostatic pressure*, Int. J. Rock. Mech. 42, 890-899.
- BOURBIE, T., and ZINSZNER, B. (1985), *Hydraulic and acoustic properties as a function of porosity in Fontainebleau sandstone*, J. Geophys. Res. 90, 11524-11532.
- BRUNO, M.S. (1994), *Micromechanics of stress-induced permeability anisotropy and damage in sedimentary rock*, Mech. of Mat. 18, 31-48.
- CLAVAUD, J.-B., MAINEULT, A., ZAMORA, M., RASOLOFOSOAN, P., and SCHLITTER, C. (2008), *Permeability anisotropy and its relations with porous medium structure*, J. Geophys. Res. 113, B01202.
- COLLINS, R. E., *Flow of fluids through porous materials* (Reinhold Publishing Co., New York. 1961).
- DAUTRIAT, J., GLAND, N., YOUSSEF, S., ROSENBERG, E., BEKRI, S., and VIZIKA, O. (2009), *Stress dependent directional permeabilities of two analog reservoir rocks: A prospective study on contribution of μ -tomography and pore network models*, SPE Res. Eval. Eng. (in press).
- DAVID, C., WONG, T.F., ZHU, W., and ZHANG, J. (1994) *Laboratory measurements of compaction induced permeability change in porous rock: implications for the generation and maintenance of pore pressure excess in the crust*, Pure Appl. Geophys. 143, 425-456.
- FORTIN, J., SCHUBNEL, A., and GUEGUEN, Y. (2005), *Elastic wave velocities and permeability evolution during compaction of Bleurswiller sandstone*, Int. J. Rock Mech. and Min. Sci. 42, 873-889.
- FOURIE, A.B., and XIAOBI, D. (1991), *Advantages of midheight measurements in undrained triaxial testing*, ASTM Geotech. Test. J. 14, 138-145.
- GRISONI, J.C., and THIRY, M. (1988), *Répartition des grès dans les sables de Fontainebleau: implications géotechniques des études récentes*, Bull. Liaison Labo P. et Ch. 157, Réf. 3333.
- HEILAND, J., and RAAB, S. (2000), *Experimental investigation of the influence of differential stress on permeability of a Lower Permian (Rotliegend) sandstone deformed in the brittle deformation field*, Phys. Chem. Earth (A) 26, 33-38.
- HEILAND, J. (2003), *Laboratory testing of coupled hydro-mechanical processes during rock deformation*, Hydrogeol. J. 11, 122-141.
- HOLT, R.M. (1990), *Permeability reduction induced by a non-hydrostatic stress field*, SPE Form. Eval. 5, 444-448.
- KLEIN, E., and REUTSCHLÉ, T. (2003), *A model for the mechanical behaviour of Bentheim sandstone in the brittle regime*, Pure Appl. Geophys. 160, 833-849.
- KORSNES, R.I., RISNES, R., FALDAAS, I., and NORLAND, T. (2006), *End effects on stress dependent permeability measurements*, Tectonophys. 426, 239-251.
- LEE, K.L. (1978), *End restraint effects on undrained static triaxial strength of sand*, J. Geotech. Eng. Div. 104, 687-704.
- LOUIS, L., DAVID, C., and ROBION, P. (2003), *Comparison of the anisotropic behaviour of undeformed sandstones under dry ad saturated conditions*, Tectonophys. 370, 193-212.
- MORITA, N., GRAY, K., SROUJI, F.A.A., and JOGI, P.N. (1984), *Rock property changes during reservoir compaction*, SPE 13099.
- MORROW, C.A., BO-CHONG, Z., and BYERLEE, J.D. (1984), *Effective pressure law for permeability of Westerley Granite under cyclic loading*, J. Geophys. Res. 91, 3870-3876.

- RHETT, D.W., and TEUFEL, L.W., (1992a) *Stress path dependence of matrix permeability of North Sea sandstone reservoir rock*, In Rock Mechanics (ed. Tillerson & Wawersik) (Balkema, Rotterdam 1992a) pp. 345-353.
- RHETT, D.W., and TEUFEL, L.W. (1992b), *Effect of reservoir stress path on compressibility and permeability of sandstones*, SPE 24756.
- SCHUTJENS, P.M.T.M. and DE RUIJ, H. (1997), *The influence of stress path on compressibility and permeability of an overpressured reservoir sandstone: some experimental data*, Phys. Chem. Earth. 22, 97-103.
- SHENG, D., WESTERBERG, B., MATTSSON, H., and AXELSSON, K. (1997), *Effects of end restraint and strain rate in triaxial tests*, Comp. and Geotech. 21, 163-182.
- SULEM, J., and OUFFROUKH, H. (2006a), *Shear banding in drained and undrained triaxial tests on a saturated sandstone: Porosity and permeability evolution*, Int. J. Rock Mech. and Min. Sci. 43, 292-310.
- SULEM, J., and OUFFROUKH, H. (2006b), *Hydromechanical behaviour of Fontainebleau sandstone*, Rock Mech. and Rock Eng 39, 185-213.
- TRAUTWEIN, U., and HUENGES, E. (2005), *Poroelastic behaviour of physical properties in Rotliegend sandstones under uniaxial strain*, Int. J. Rock Mech. and Min. Sci. 42, 924-932.
- VAJDOVA, V., BAUD, P., and WONG, T.-F. (2004), *Permeability evolution during localized deformation in Bentheim sandstone*, J. Geophys. Res. 109, B10406.
- WALSH, J.B., and BRACE, W.F. (1984), *The effect of pressure on porosity and the transport properties of rock*, J. Geoph. Res. 89, 9425-9431.
- WONG, T.-F., DAVID, C., and ZHU, W. (1997), *The transition from brittle faulting to cataclastic flow in porous sandstones: Mechanical deformation*, J. Geophys. Res. 102, 3009-3026.
- ZHANG, J., WONG, T.-F., and DAVIS, D.M. (1990a), *Micromechanics of pressure-induced grain crushing in porous rocks*, J. Geoph. Res. 95, 341-352.
- ZHU, W., and WONG, T.-F. (1997), *The transition from brittle faulting to cataclastic flow: Permeability evolution*, J. Geophys. Res. 102, 3027-41.
- ZOBACK, M.D., and BYERLEE, J.D. (1975), *Permeability and effective stress*, Am. Assoc. Petrol. Geol. Bull. 59, 154-158.

CHAPITRE 4

Comportement hydromécanique du carbonate d'Estailades

Etude expérimentale de l'impact du chemin de chargement sur les propriétés mécaniques et hydrauliques

En laboratoire, la réalisation d'essais en chargement proportionnel semble être l'approche pratique permettant de définir de façon réaliste les différents états de contrainte pouvant être observés en condition de réservoir. Dans ce chapitre, nous mettons à profit les capacités de notre dispositif expérimental pour étudier l'impact des mécanismes de déformation sur les évolutions des propriétés mécaniques et des perméabilités directionnelles d'un carbonate. Pour ce faire, nous avons réalisé un certain nombre d'essais de compression, selon différents chemins de chargement, afin de balayer intégralement l'espace des contraintes. Cette méthodologie permet de décrire le comportement hydromécanique de ce matériau pour l'ensemble des régimes de déformation. L'analyse post-mortem des échantillons permet de déterminer une partie des mécanismes macroscopiques et microstructuraux à l'origine des évolutions de perméabilités mesurées en cours d'essai. Par ailleurs, nous rendons compte de l'effet des hétérogénéités constitutives de ce carbonate, celle-ci pouvant être définies à plusieurs échelles, sur les propriétés mécaniques et les propriétés de transport sous sollicitation déviatorique.

Dans l'espace des contraintes, nous proposons une nouvelle description de l'enveloppe limite, ne dépendant d'aucune variable d'ajustement, et fonction du coefficient de chemin de chargement.

Les résultats préliminaires de cette étude ont fait l'objet d'un acte de congrès et d'une présentation au Symposium 2008 de la SCA (Society of Core Analysts); cet acte est intégré au manuscrit en Annexe 2. Un article, présentant la globalité des résultats de l'étude, est en cours de rédaction pour une soumission dans la revue Journal of Geophysical Research au premier trimestre 2009.

SOMMAIRE

4.1. Introduction.....	115
4.2. Matériau d'étude : Le carbonate d'Estailades.....	117
4.2.1. Caractéristiques pétrologiques	117
4.2.2. Caractéristiques du réseau poreux	118
4.3. Déroulement de la campagne de mesures.....	123
4.3.1. Essai préliminaire en chargement hydrostatique	123
4.3.2. Campagne d'essais et de mesures	125
4.3.3. Fluctuations des perméabilités directionnelles	128
4.4. Détermination des propriétés mécaniques du carbonate d'Estailades.....	129
4.4.1. Modules élastiques effectifs.....	129
4.4.2. Essais avec couplage poromécanique : Echantillon EST_Q.....	130
4.5. Chemin de chargement et mécanismes d'endommagement	133
4.5.1. Fracturation en régime fragile.....	133
4.5.2. Régimes de compaction	134
4.6. Effet du chemin de chargement sur les compressibilités	140
4.6.1. Effet d'hétérogénéité sur la compressibilité totale.....	140
4.6.2. Evolutions des compressibilités avec l'endommagement.....	141
4.7. Evolutions des perméabilités directionnelles sous chargement	143
4.7.1. Perméabilités en régime de déformation fragile	143
4.7.2. Influence du chemin de chargement sur les perméabilités.	144
4.7.3. Modélisation par l'approche de Kozeny-Carman	146
4.8. Analyse microstructurale des échantillons déformés	148
4.8.1. Impact du chemin de chargement sur la distribution des tailles de seuils	148
4.8.2. Analyse microstructurale des mécanismes d'endommagement	150
4.9. Modélisation de la rupture.....	153
4.9.1. Seuils de rupture	153
4.9.2. Application et limites du modèle elliptique pour le carbonate d'Estailades.....	154
4.9.3. Normalisation des pressions critiques par la porosité.....	155
4.10. Synthèse de l'étude	164

4.1. Introduction

Dans le domaine de la géomécanique, les études expérimentales classiques mettent en évidence les relations entre évolutions de la perméabilité et les propriétés mécaniques sous chargement. Le type de chargement appliqué au cours de ces essais ne satisfait pas toujours les évolutions de contrainte effective attendues pour les réservoirs en cours de production et donc de déplétion. Nous discutons, dans cette partie introductive, de la pertinence des différents types d'essais par rapport aux mesures de champ. L'analyse des différentes approches expérimentales proposées dans la littérature, nous a permis de définir une campagne de mesure originale pour caractériser le comportement hydromécanique d'un carbonate modérément hétérogène, soumis à différents chemins de chargement pouvant être représentatifs de certaines conditions de réservoir.

L'approche la plus conventionnelle repose sur la mise en place d'essais hydrostatiques en cellule de confinement. Or, ce type d'essai ne permet pas de rendre compte de la composante déviatorique du champ de contrainte dans les réservoirs (Warpinski et al., 1985 ; Bruno et al., 1991 ; Khan et Teufel, 2000). Jaeger et Cook (1979) rappellent que la déformation volumique d'un matériau élastique sous l'application de trois contraintes principales distinctes est équivalente à celle engendrée par une contrainte hydrostatique égale à la moyenne de ces trois contraintes. En conséquence, les résultats d'essais hydrostatiques peuvent théoriquement être ramenés aux conditions de déformation uniaxiale. Cette condition repose sur la considération d'un état de contrainte oedométrique, interdisant les déformations radiales. Si des procédures ont été développées pour réaliser une telle correction (Teeuw, 1971), Rhett et Teufel (1992) montrent que celles-ci ne permettent pas de prendre les effets de distorsions induites par un champ de contrainte déviatorique.

Une autre approche expérimentale consiste donc à réaliser de véritables essais oedométriques (voir figure 4.1.d). Dans la communauté des Ingénieurs de Réservoir, ce type d'essai est considéré comme étant le plus représentatif des chemins de chargement mis en jeu lors de la déplétion d'un réservoir. Néanmoins, cette condition oedométrique n'est pas vérifiée partout dans le réservoir ; la distance au puits et la géométrie du réservoir pouvant induire des écarts significatifs (Sayers et Schutjens, 2007). Ce type d'essai n'est donc plus représentatif dans les cas suivants :

- les couches géologiques constitutives du réservoir présentent des pendages supérieurs à 20°
- le rapport de forme du réservoir est supérieur à 0,2. En considérant, que la géométrie du réservoir peut être approchée par un ellipsoïde axisymétrique (proposée par Rudnicki, 1999, cité par Sayers et Schutjens, 2007), celui-ci correspond au rapport entre la hauteur et l'extension latérale du réservoir.
- les hétérogénéités structurales induisent une variabilité spatiale de la déplétion et/ou des propriétés mécaniques dans la direction transverse à la contrainte principale verticale.

La communauté des mécaniciens des roches considère généralement une approche basée sur des essais triaxiaux. En règle générale, la description complète du comportement mécanique d'un

matériau nécessite un grand nombre d'essais afin de balayer intégralement l'espace des contraintes (défini dans le diagramme P' - q). Conventionnellement, les chemins de chargement sont généralement de trois types (Fortin, 2005) :

- L'essai classique consiste à augmenter initialement la pression de confinement, jusqu'à la valeur de pression P_0 , puis à augmenter uniquement la charge axiale (voir figure 4.1.a).
- Un autre chemin consiste à augmenter la pression de confinement à partir de la pression P_0 et à diminuer la pression axiale de façon à conserver une pression moyenne effective constante (voir figure 4.1.b).
- La troisième approche (Schubnel, 2002) consiste à stopper la charge axiale au voisinage de l'enveloppe de rupture, puis à augmenter uniquement la contrainte moyenne effective à déviateur constant, en diminuant la pression de pore ou en augmentant la pression de confinement (voir figure 4.1.c.).

Tous ces chemins de chargement permettent de couvrir l'intégralité des mécanismes d'endommagement, en régime fragile, semi-fragile et ductile d'un matériau. Cependant, l'approche expérimentale qui consiste à découpler les évolutions de la pression de confinement et de la charge axiale, ou bien, à considérer une pression effective constante, conduit à des conditions qui s'éloignent significativement des états de contraintes estimées en cours de production.

Dans leurs travaux fondateurs, Teufel et Rhett (1991) introduisent la notion de chemin de chargement pour expliquer les déformations observées sur le grès du réservoir d'Ekofisk en Mer du Nord en cours de production. Au cours de la production, les auteurs rendent effectivement compte de l'évolution couplée de la contrainte verticale σ_v et de la contrainte horizontale σ_h en définissant le paramètre de chemin de chargement comme :

$$K = \frac{\Delta\sigma_h}{\Delta\sigma_v} . \quad (4.1)$$

Notons que dans nos essais, nous assimilerons la contrainte verticale à la contrainte axiale σ_a et la contrainte horizontale à la contrainte radiale σ_r ou pression de confinement P_c .

Comme nous l'avons vu dans le premier chapitre (Section 1.4), il est donc préférable de reproduire expérimentalement les évolutions de contraintes d'un réservoir par la réalisation d'essais à rampes de pression proportionnelles. Comme pour les essais triaxiaux traditionnels, il est possible, en faisant varier le rapport K de 0 (condition similaire à un essai triaxial classique) à 1 (condition hydrostatique), de parcourir l'ensemble de l'espace des contraintes (voir figure 4.1.e). L'un des avantages majeurs de ce type d'approche, par rapport aux essais triaxiaux, tient à la pression initiale constante d'un essai à l'autre. On peut donc se placer à l'état de contrainte initiale estimée du réservoir avant production et simuler toutes les évolutions possibles des états de contraintes, indépendamment de la forme du réservoir et de la distance au puits.

Malgré les avantages de ce type d'approche expérimentale pour mettre en évidence les mécanismes pouvant avoir un impact sur la production d'un réservoir, celui-ci reste cependant assez peu employé. Outre les travaux sur les grès réalisés par Rhett et Teufel (1992), nous pouvons également citer ceux sur les craies de fortes porosités de Jones et Mathiesen (1993), ou les travaux sur les réservoirs non consolidés et sur les carbonates dolomités de Crawford et Yale, 2002.

Nous proposons donc de suivre ce type d'approche sur le carbonate d'Estailades, afin d'en décrire le comportement hydromécanique et de déterminer l'impact du chemin de chargement sur l'évolution des propriétés mécaniques et des perméabilités directionnelles. Ce dernier point constitue une évolution majeure par rapport aux études antérieures, qui ne considéraient que l'évolution de perméabilité que dans la direction d'application de la contrainte axiale principale.

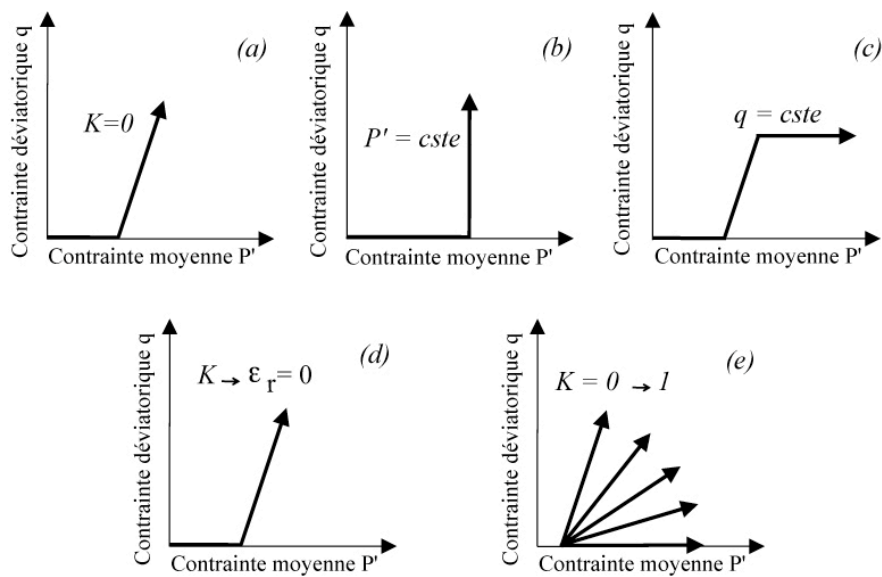


Figure 4.1 : Différents trajets de chargement : essais triaxiaux classiques (a,b et c), condition oedométrique (d) et condition de chargement proportionnel (e)

4.2. Matériau d'étude : Le carbonate d'Estailades

4.2.1. Caractéristiques pétrologiques

Les échantillons de calcaire d'Estailades (ou 'Pierre d'Estailades') proviennent de la carrière d'Oppède-le-vieux, dans le Vaucluse. Bien que l'on trouve peu de littérature sur les conditions de mise en place, il s'agit d'un calcaire marin composé d'algues rouges entourées d'un ciment microsparitique (Brosse 2005). Les précédentes descriptions minéralogiques (Le Guen et al. 2007) montrent que ce carbonate est constitué à 99% de calcite, avec des traces de dolomite et de silice. Comme le montre la figure 4.2, la Microscopie Electronique à Balayage révèle que ce carbonate est constitué de deux types de clastes, qui sont des agrégats constitués de grains de calcite micrométriques

s'agglomérant de manière différente. Le premier type de clastes, qui est associé aux débris d'algues rouges, se présente sous forme d'agrégats de grains de calcite extrêmement denses, qui apparaissent en gris clair à blanc au MEB. Le second type d'agrégats s'organise de manière beaucoup moins compacte. Il en résulte une porosité intraclaste, que nous qualifierons de microporosité, en opposition aux pores de plus grande taille (macropores) se situant entre les clastes. Les clastes microporeux apparaissent en gris foncé au MEB. Ceux-ci sont par ailleurs bordés d'une couronne discontinue de grains de calcite plus gros d'environ $20\mu\text{m}$; la microporosité reste donc accessible au fluide et représente une fraction importante de la porosité totale.

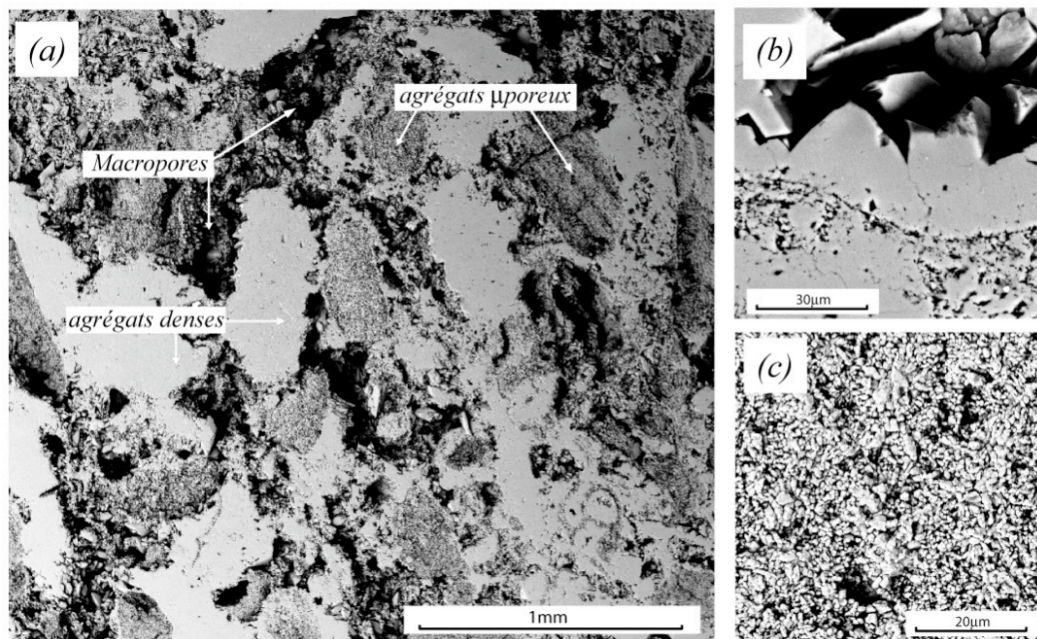


Figure 4.2 : Observations au MEB : (a) structure générale du calcaire d'Estailades (Mode SE). (b) couronne calcique entourant les agrégats microporeux. (c) Organisation des grains de calcite dans un claste microporeux.

4.2.2. Caractéristiques du réseau poreux

a) Hétérogénéité de porosité aux échelles macroscopique et mésoscopique

La campagne d'expériences sur le carbonate d'Estailades a nécessité la préparation d'environ 30 échantillons aux dimensions requises pour les essais de compression. Les échantillons ont été prélevés dans la même direction au sein d'un même bloc de $30 \times 30 \times 30 \text{ cm}^3$. Par convention, chaque échantillon est référencé par le préfixe 'EST' suivie d'une ou deux lettres, attribuées chronologiquement. La porosité de chaque échantillon a été mesurée par la méthode de saturation totale décrite dans le chapitre 2. Comme l'illustre la figure 4.3., les valeurs de porosité varient significativement d'un échantillon à l'autre, entre un minimum de 24,46% (échantillon EST_AD), et un maximum de 30,76% (échantillon EST_C), la valeur moyenne étant de 28,18%.

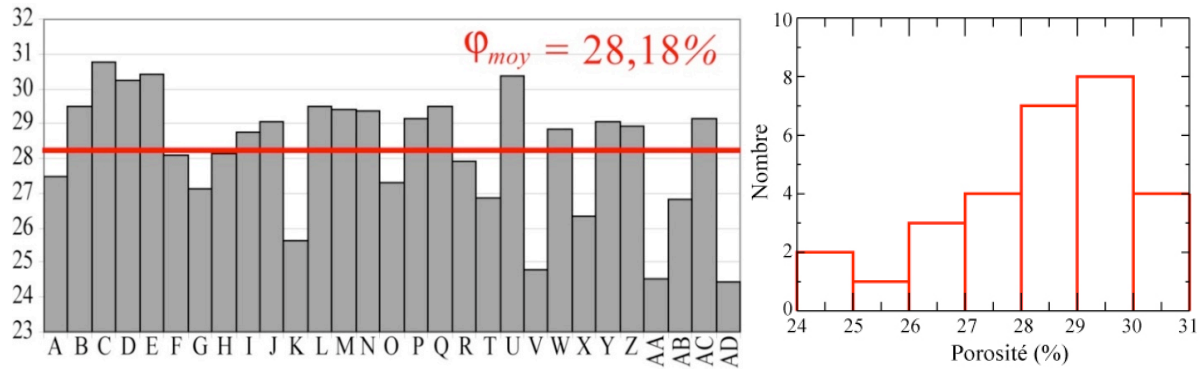


Figure 4.3 : (a) Fluctuation des porosités mesurées sur 29 échantillons macroscopiques de carbonate d'Estailades. (b) Distribution associée.

Cette hétérogénéité de porosité s'exprime structurellement par la variabilité de répartition des clastes d'un échantillon à l'autre. Cette information peut être déduite des profils de porosité obtenus par tomодensitométrie, illustrés par la figure 4.4. Ces profils de porosité peuvent être directement déduits des profils CT (UHM), en raison de la composition quasi monominérale de ce carbonate (voir section 2.7.3). En effet, la densité de la phase solide de ce carbonate mesurée par porosimétrie Hélium est de $2,72 \pm 0,02 \text{ g.cm}^{-3}$. Cette valeur est très proche de la densité gravimétrique de phase minéralogique pure de la calcite de $2,71 \text{ g.cm}^{-3}$. Puis qu'il n'y a une seule phase minérale en présence, les variations de densité observables le long de l'échantillon sont donc liées uniquement à la variation de porosité. Les valeurs de porosité moyennes obtenues par tomодensitométrie sont légèrement plus faibles que celle mesurées par la saturation à l'eau. Cet écart varie généralement entre 0,1 et 1%, celui-ci étant toujours plus important pour les échantillons les plus hétérogènes.

A l'échelle de l'échantillon, on observe des amas d'agrégats plus denses entraînant localement des réductions importantes de porosité. De par leur plus forte densité, ces 'clusters' apparaissent plus clairs en tomographie. Ils se répartissent de manière assez désordonnée, sous forme de lentilles ou de linéations, clairement observées au sein de l'échantillon EST_V présenté sur la figure 4.4. Leur taille est également assez variable, de l'ordre de quelques millimètres à plusieurs centimètres. Inversement, des zones moins absorbantes apparaissent et sont généralement marquées par une prédominance d'agrégats microporeux.

Ces observations d'hétérogénéités posent d'ores et déjà le problème de la reproductibilité expérimentale et, par conséquent, de la représentativité d'un essai unique. Les mesures d'évolution des perméabilités directionnelles et d'évolution de la porosité ont été réalisées sur trois échantillons différents pour un chemin de chargement donné, il faut donc garder à l'esprit la variabilité des réponses hydromécaniques d'un essai à l'autre.

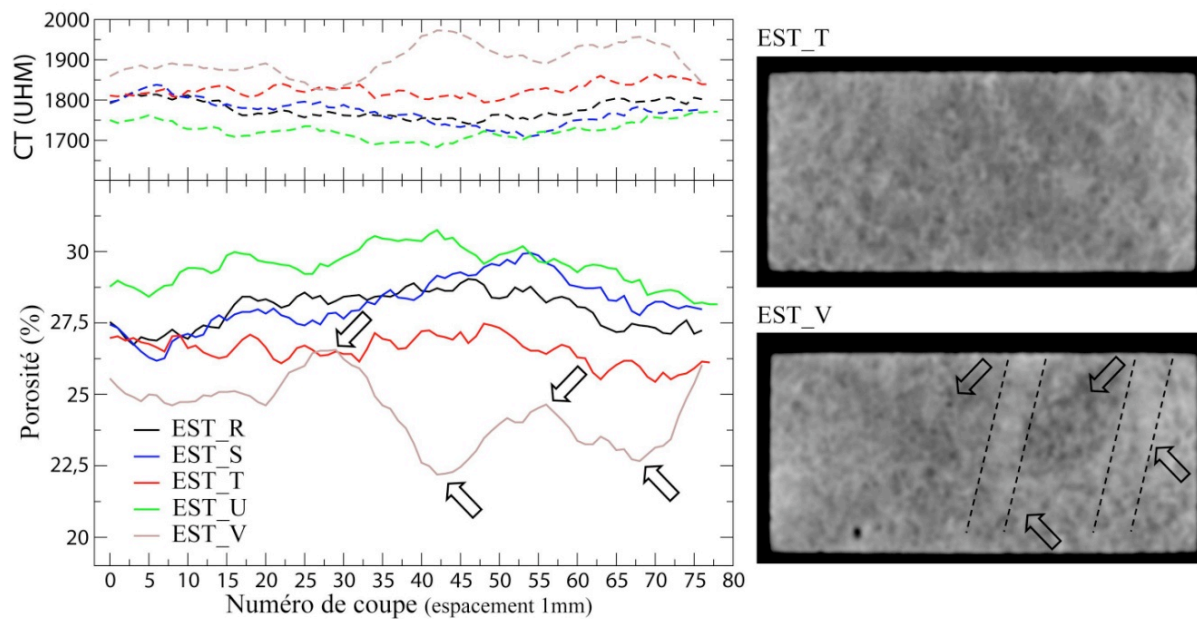


Figure 4.4 : (A gauche) Profils de densité radiologique et de porosité déduite de la tomodesitométrie RX pour 5 échantillons macroscopiques de carbonate d'Estailades. Chaque point est obtenu pour une coupe de 1mm d'épaisseur. (A droite) Représentation de deux coupes sagittales pour un échantillon relativement homogène (EST_T) et un échantillon très hétérogène (EST_V). Les flèches pointent les structures à l'origine des fluctuations de porosité observées sur l'échantillon EST_V.

b) Porosité à l'échelle de la microstructure

Comme dans le cas des grès, les valeurs de porosité déduites de la porosimétrie Hélium sont plus fortes que celles mesurées macroscopiquement. Toutefois, compte-tenu des échelles d'hétérogénéités, les volumes considérés pour cette mesure (de l'ordre de 5cm^3) sont difficilement représentatifs des volumes macroscopiques. Un écart apparaît également entre les valeurs obtenues en porosimétrie Hélium et Mercure. Néanmoins, cet écart est beaucoup plus faible que dans le cas des grès. La distribution des rayons d'accès aux pores présentée dans la figure 4.6., confirme les observations microscopiques réalisées au MEB. Cette distribution est caractérisée par deux pics bien distincts autour de $10\mu\text{m}$ et $0,2\mu\text{m}$. Le premier pic est associé au rayon d'accès de la macroporosité, c'est-à-dire à la porosité interclaste. Le spectre des rayons d'accès à cette macroporosité est assez large, il s'étend de $0,5\mu\text{m}$ à $11\mu\text{m}$. Le second pic est associé à la microporosité intraclaste. Les seuils correspondent dans ce cas aux discontinuités de l'auréole calcique observable autour des agrégats microporeux. La courbe de saturation du volume poreux montre que la microporosité représente environ un tiers du volume de pore total. Cette observation est fondamentale pour l'analyse microtomographique. En effet, la résolution maximale du microtomographe RX est de $3\mu\text{m}$, et par conséquent seulement une fraction de la porosité totale d'un échantillon d'Estailades peut être résolue par cette technique. Ceci constitue une forte limitation pour la reconstruction des réseaux poreux équivalents que nous aborderons dans le chapitre 5.

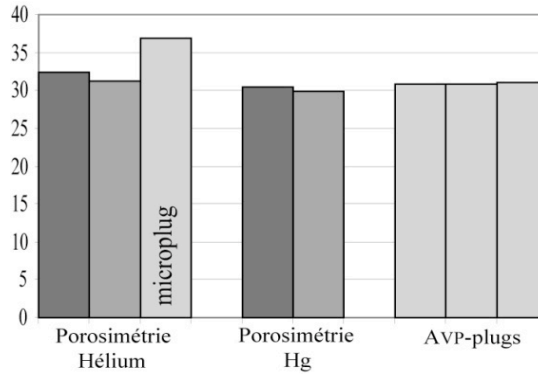
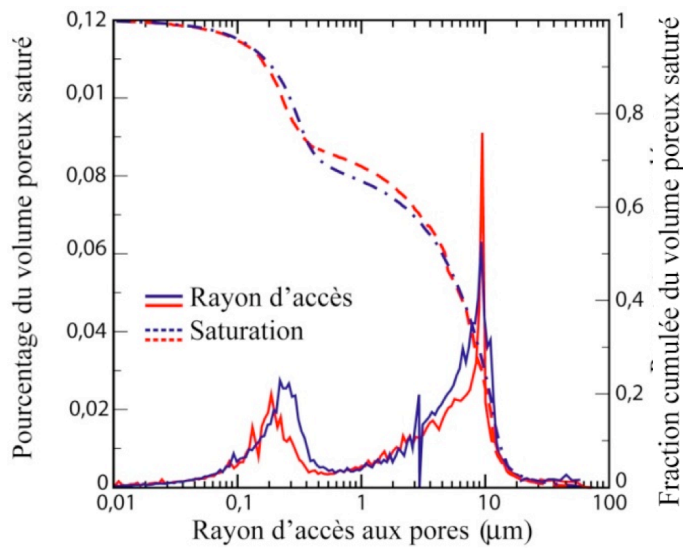


Figure 4.5 : Porosités du carbonate d'Estailades mesurées par Porosimétrie He, Porosimétrie Mercure, et Technique de saturation totale sur les carottes utilisées pour les mesures AVP. (Les échantillons mesurés, à la fois en porosimétrie He et Hg sont représentés avec le même niveau de gris.



Modèle	Perméabilité (mD)
Kamath < 1mD	208
Kamath > 1mD	191
Thomeer	264
Swanson	169

Figure 4.6 : Rayon capillaire équivalent des seuils de pore de deux échantillons de carbonate d'Estailades obtenus par porosimétrie mercure et tableau récapitulatif des perméabilités déterminées à partir de la forme de la courbe de pression capillaire P_{Hg} pour chacun des modèles présentés dans la table 2.3.

c) Anisotropie des vitesses d'onde de compression (ondes P)

Les résultats de l'étude des anisotropies de vitesse des ondes P sont présentés dans la figure 4.7. Ces résultats doivent être nuancés compte tenu de l'hétérogénéité structurale du carbonate mis en évidence à cette échelle. En effet, la base du protocole d'inversion repose sur la considération de trois échantillons homogènes afin que ceux-ci soient représentatifs de la roche dans son ensemble. Cette condition semble vérifiée au regard de la très faible variation de porosité entre les échantillons (AVP-plugs sur la figure 4.5.)

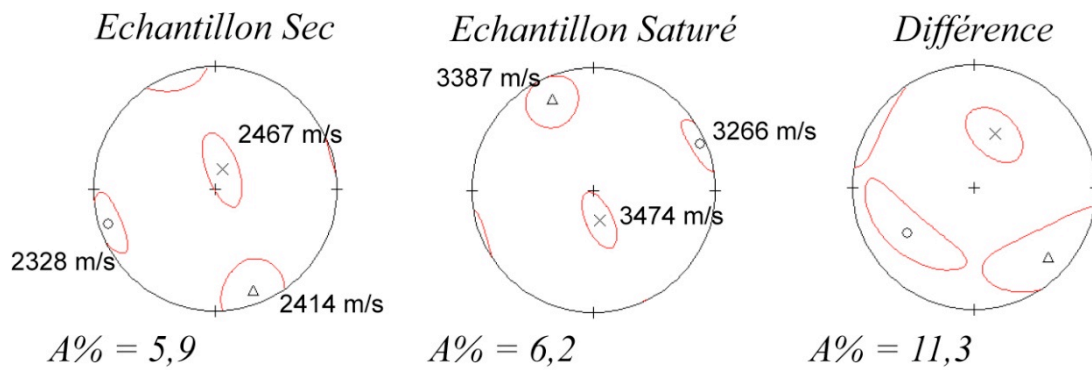


Figure 4.7 : Projections stéréographiques des axes principaux du tenseur d'anisotropie de vitesse d'onde P calculés pour le calcaire d'Estailades, aux états sec et saturé. L'état 'différence' correspond à l'orientation des axes principaux du tenseur calculés à partir de la différence entre les temps de vol à l'état sec et à l'état saturé.

L'anisotropie de vitesse mesurée à l'état sec est assez faible (~6%) et s'oriente quasiment selon les axes de carottage. Notons que la valeur maximale de vitesse est confondue avec la direction de carottage (Z) des échantillons macroscopiques utilisés lors des essais de compression. Le passage à l'état saturé n'induit pas de variation notable de l'anisotropie. Ce type de comportement traduit habituellement une contribution structurale à l'anisotropie liée à la fois à la porosité et à la matrice. Néanmoins, compte tenu de l'importante fraction de la porosité des agrégats microporeux, la mesure à l'état saturé tend à minimiser l'influence de l'orientation de ce type de clastes sur l'anisotropie de vitesse. En terme de vitesse, les clastes microporeux présenteraient un comportement d'atténuation intermédiaire entre les agrégats denses et les macropores. Pour ce type de matériau à porosité bimodale, il est intéressant d'observer l'anisotropie liée à la différence de temps de vol de l'onde entre l'état saturé et l'état sec (cf. figure 4.7.), cette information permettant alors de mieux définir la contribution des clastes plus denses. La valeur d'anisotropie tendant à augmenter significativement, elle traduit une orientation préférentielle des agrégats au sein de la roche légèrement basculée par rapport aux axes de carottages. Cette conclusion est en assez bon accord avec les observations réalisées au MEB. Les clastes présentant le plus grand rapport de forme tendent effectivement à s'orienter selon la même direction (voir par exemple la figure 4.2.a)

4.3. Déroulement de la campagne de mesures

4.3.1. Essai préliminaire en chargement hydrostatique

Afin de vérifier la pertinence des évolutions de perméabilités directionnelles de ce carbonate sur un même échantillon, un premier essai a été réalisé en chargement hydrostatique par protocole d'incrément de pression. Cet essai avait également pour objectif de s'assurer que le régime de déformation cataclastique serait atteint, malgré les limites en pression de notre dispositif. L'échantillon testé (EST_A) a une porosité initiale de 27,47%. A 3MPa, les perméabilités initiales, k_{az,FL_0} , k_{az,ML_0} et k_{ry} sont respectivement de 162, 175 et 70mD. Un faible écart (~6%) est observé entre les deux mesures axiales. Celui-ci est néanmoins beaucoup moins marqué que dans le cas des grès. La valeur de perméabilité radiale est une nouvelle fois inférieure aux valeurs des perméabilités axiales. Outre les effets liés aux conditions d'application des diffuseurs radiaux au contact de l'échantillon, cet écart peut résulter de la présence d'une hétérogénéité structurale au voisinage de l'un d'eux. Nous verrons dans la section 4.3.2., que cet écart fluctue significativement d'un échantillon à l'autre, ce qui semble plutôt confirmer l'influence des hétérogénéités locales sur cette mesure.

L'essai est réalisé à une pression de pore de 1MPa en condition drainée. La pression de confinement est augmentée par palier de 3MPa jusqu'à 15MPa, puis par palier de 5MPa jusqu'à 35MPa et enfin par palier de 10MPa jusqu'à 65MPa. Les évolutions de porosité et de perméabilité mesurées pendant cet essai sont présentées dans la figure 4.8. Pour faciliter la lecture des résultats entre les différentes directions de mesure les perméabilités sont normalisées par leurs valeurs initiales. La mesure de perméabilité associée à la seconde direction radiale k_{rx} n'est pas représentée sur cette figure, la ligne coaxiale de la prise de pression s'étant bouchée en début d'essai.

Pour des faibles contraintes effectives, typiquement de 2 à 24MPa, la porosité et les perméabilités diminuent lentement. Cette phase est caractéristique de la compression des pores en régime élastique. Il est intéressant de remarquer que la phase de serrage est peu marquée en début de chargement. Dans le cas du calcaire, les effets de bords semblent donc beaucoup moins critiques que pour les grès. La réponse des perméabilités axiales est sensiblement la même indépendamment de la méthode de mesure. Dans le régime élastique, on observe que la perméabilité dans la direction radiale tend à diminuer un peu plus fortement que dans la direction axiale. La diminution de perméabilité est d'environ $7.10^{-3}mD.MPa^{-1}$ dans la direction axiale, et de $1,2.10^{-2}mD.MPa^{-1}$ dans la direction radiale. La porosité tend à diminuer plus fortement au-delà de 24MPa, à l'amorce du régime de déformation inélastique notée $P_{in.}$, et chute brutalement à 34MPa. En termes de déformation, l'échantillon subit également un endommagement important, caractérisé par une diminution de volume total de l'ordre de 3%. Indépendamment de la direction de mesure, les perméabilités diminuent également très fortement à cette pression, pour atteindre ~20% de leur valeur initiale. Cette pression, notée P^* ,

correspond à la pression critique d'effondrement de la porosité ('pore collapse'), introduite par Zhang et al. (1990). Ce stade de déformation irréversible du matériau est confirmé par la valeur résiduelle de la porosité ($\sim 24\%$) et de la perméabilité ($\sim 20mD$). A plus haute pression, la porosité et les perméabilités montrent de nouveau une évolution plus ou moins linéaire. Ce régime de déformation est communément relié au mécanisme de 'strain-hardening', correspondant à un durcissement de l'échantillon.

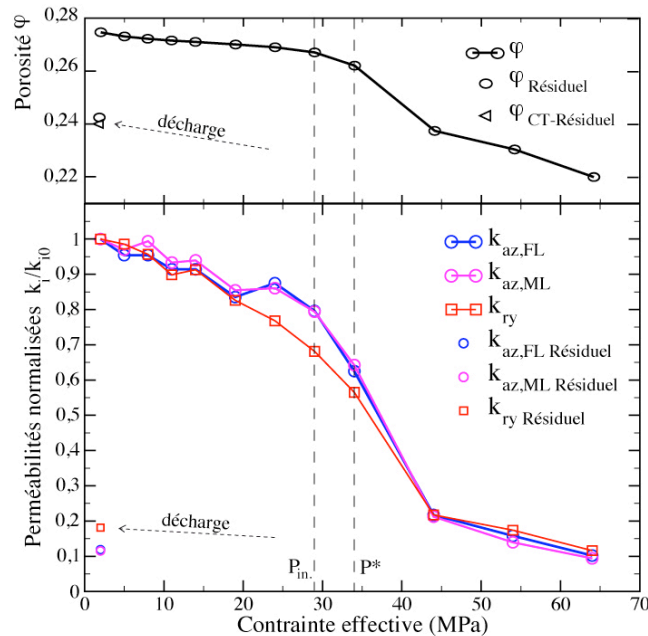


Figure 4.8 : Evolutions de la porosité, des perméabilités directionnelles normalisées mesurées au cours d'un chargement hydrostatique par paliers de pression.

Cette chute drastique de la porosité et de la perméabilité peut être corrélée aux observations de la structure poreuse de l'échantillon après déformation. La figure 4.9. montre le résultat de l'étude comparative en microtomographie RX, d'un miniplug sain prélevé au voisinage de l'échantillon EST_A et d'un miniplug prélevé dans de celui-ci après déformation. En raison de la dégradation de sa cohésion, le carottage de l'échantillon déformé est relativement difficile ; seul des échantillons de diamètre supérieur à $10mm$ peuvent être prélevés, limitant la résolution accessible en microtomographie à $6\mu m$. Ce problème de cohésion a également été récurrent pour la préparation des échantillons analysés au MEB.

L'analyse 'post-mortem' de cet échantillon montre très clairement la modification structurale de la porosité. Les macropores, apparaissant en sombre sur l'échantillon sain, sont moins représentés sur l'échantillon déformé. Les quelques zones dans lesquelles la macroporosité semble être conservée se localisent essentiellement au voisinage des agrégats plus denses. A cette échelle d'observation, il est toutefois difficile d'identifier des mécanismes de fracturation intragranulaire.

Cette simple analyse structurale peut également être confrontée aux résultats de mesure de porosimétrie mercure réalisée sur l'échantillon déformé, illustrés par la figure 4.10 Malgré les problèmes de représentativité évoqués entre différents échantillons de petits volumes, nous avons

superposé sur le même graphique la distribution des rayons d'accès aux pores d'un échantillon sain et d'un fragment de l'échantillon EST_A déformé. Au regard de la distribution des rayons d'accès aux pores, on constate que l'amplitude du pic associé à la macroporosité est beaucoup moins prononcée à l'état déformé. De plus, la valeur du rayon d'accès à la macroporosité du réseau déformé n'est plus que de $4\mu\text{m}$. En revanche, la microporosité ne semble pas notablement affectée. La compaction semble donc affecter préférentiellement la macroporosité ce qui est cohérent avec les fortes chutes de perméabilité enregistrée. Par ailleurs, ce mécanisme semble homogène à l'échelle de l'échantillon, les perméabilités étant affectées avec la même intensité indépendamment de la direction de mesure.

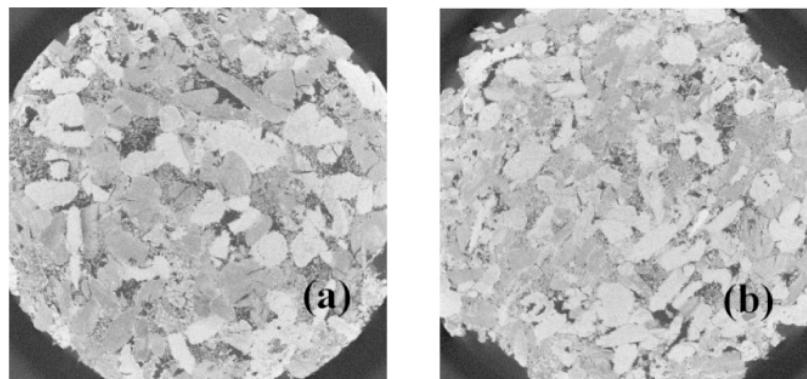
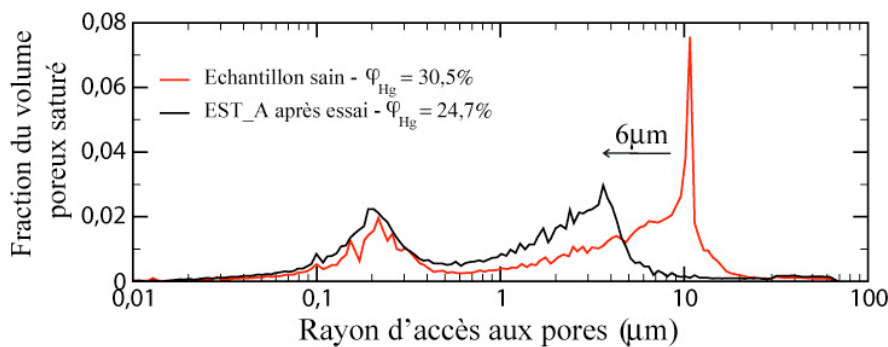


Figure 4.9 : Carte de densité radiologique obtenue par microtomographie RX d'échantillons de carbonate d'Estailades sain (a) et après chargement hydrostatique (b). (Résolutions : $3\mu\text{m}$ et $6\mu\text{m}$ pour des échantillons de diamètres respectifs 5 et 10mm)



Modèle	k (mD)
Kamath < 1mD	19,2
Kamath > 1mD	24,4
Thomeer	22,3
Swanson	12,6

Figure 4.10 : Comparaison des distributions de seuils de pore mesurées par porosimétrie mercure sur un échantillon sain et sur un fragment de l'échantillon EST_A déformé et tableau récapitulatif des perméabilités déterminées à partir de la forme de la courbe de pression capillaire P_{Hg} pour chacun des modèles présentés dans la table 2.3.

4.3.2. Campagne d'essais et de mesures

Tous les autres essais présentés par la suite ont été réalisés en chargement continu, permettant un enregistrement synchrone de la déformation, des évolutions de la perméabilité ou de la porosité. En plus de garantir la stabilité de l'écoulement tout au long du chargement, cette technique permet de pointer plus précisément les pressions seuils de sortie du régime linéaire de déformation et les

pressions critiques d'endommagement irréversible de l'échantillon. Tous les essais sont réalisés à pression de pore constante de 1MPa en condition drainée. La pression effective en début d'essai est toujours fixée à 2MPa ; à ce stade, les perméabilités directionnelles initiales sont mesurées.

Les chemins de chargement investigués présentent un paramètre K variant entre $K=0$ et $K=1$ (voir figure 4.1.e). Afin de mieux définir, le domaine de pression correspondant à la transition entre régime fragile et ductile, le nombre d'essais pour des chemins de chargement $K<0,5$ a été augmenté. Pour chaque chemin étudié, trois essais et donc trois échantillons sont nécessaires. Sur le triplet d'échantillons sont réalisés successivement :

- La mesure de la perméabilité axiale sur la longueur totale de l'échantillon.
- La mesure de la perméabilité radiale, la direction de mesure (X ou Y) est choisie en fonction de la stabilité des mesures à l'état initial.
- La mesure des évolutions de porosité, permettant de calculer l'évolution de compressibilité de la phase poreuse.

Comme le montre clairement l'essai préliminaire présenté dans la section précédente, les perméabilités axiales sont peu affectées par les effets de bord. Les mesures de perméabilités axiales ont été réalisées en mesurant le différentiel de pression sur la longueur totale de l'échantillon, et ce, afin de s'affranchir d'éventuels problèmes d'obturation des prises de pression radiales ou transverses en cours de charge. L'ensemble des chemins d'études, des porosités et des perméabilités initiales mesurées, ainsi que la mesure réalisée en cours d'essai sont synthétisés dans le tableau 4.1.

Pour les mesures de perméabilités axiales, le chargement a été stoppé dès l'enregistrement de l'endommagement de l'échantillon. Pour les mesures d'évolution de la perméabilité radiale et de la porosité, les essais ont été poursuivis jusqu'aux limites en charge (soit $\sim 80\text{kN}$), lorsque le régime d'endommagement est de type 'pore collapse' ou stoppés manuellement une fois la rupture atteinte en régime fragile.

Quel que soit le chemin de chargement suivi, la rampe de contrainte axiale est fixée à $0,1\text{MPa.min}^{-1}$. Par conséquent, les taux de déformation volumique varient entre $2,5.10^{-7}\text{s}^{-1}$ pour un essai à $K=0$ et $1,7.10^{-6}\text{s}^{-1}$ pour un essai à $K=1$. Yale et Crawford (1998) ont effectué ce type d'essai pour caractériser l'influence couplée du chemin de chargement et de la porosité initiale sur le comportement hydromécanique de roches carbonatées. Les auteurs insistent sur la meilleure représentativité des conditions de réservoir par la mise en œuvre d'essais à taux de charge constante, en opposition aux essais à vitesse de déformation contrôlée.

K	Type (C,S)		Mesure	Porosité	Perméabilité initiale (mD)				Remarques	Echantillon
	Cont.	Step.			kaz_FL	kaz_ML	krx	kry		
0	C	D	ka	28,12	103,5	106,4	115,5	108,0		EST_H
0	C	D	kr	29,51	158,5	160,0		101,0		EST_B
0	C	D	$\Delta\varphi$	26,35	97,0				Membrane pleine - Burette digitale	EST_X
0	S	D	Tous	30,77	132,1	126,6	99,7	111,2	Essai par incrément de pression*	EST_C
0,125	C	D	ka	27,32	114,3	122,2	125,9	61,9		EST_O
0,125	C	D	kr	27,90	101,8	116,9	109,9	76,0		EST_R
0,125	C	D	$\Delta\varphi$	28,82	106,0				Membrane pleine - Burette digitale	EST_W
0,25	C	D	ka	28,08	168,6	184,7	49,9	121,0		EST_F
0,25	C	D	kr	29,35	148,5	174,2	127,8	154,5		EST_N
0,25	C	D	$\Delta\varphi$	29,04	124,7				Membrane pleine - Burette digitale	EST_Y
0,375	C	D	ka	24,54	123,4	130,4	66,2		Problème de programmation de la pompe*	EST_AA
0,375	C	D	ka	26,84	131,7	141,4	99,3			EST_AB
0,375	C	D	kr	24,46	110,0	111,3	62,9	45,1		EST_AD
0,375	C	D	$\Delta\varphi$	28,91	140,8				Membrane pleine - Burette digitale	EST_Z
0,5	C	D	ka	30,26	97,2	109,2	41,4	86,2	P' initial = 9 MPa*	EST_D
0,5	C	D	ka	30,44	124,9	138,4				EST_E
0,5	C	D	kr	29,48	94,9	112,2	89,3	96,1		EST_L
0,5	C	D	$\Delta\varphi$	30,39	124,5				Membrane pleine - Burette digitale	EST_U
0,75	C	D	ka	27,13	70,9	81,6		56,1		EST_G
0,75	C	D	kr	29,41	139,0	152,4	97,9	122,3		EST_M
0,75	C	D	$\Delta\varphi$	26,86	134,4				Membrane pleine - Burette digitale	EST_T
1	C	D	ka1	28,76	146,0	159,7	158,7	157,7		EST_I
1	C	D	kr2	29,06	169,2	183,4	166,4	130,6		EST_J
1	C	D	$\Delta\varphi$	25,48					Non exploitable - (fuite)*	EST_K
1	C	D	$\Delta\varphi$	24,82	76,9				Membrane pleine - Burette digitale	EST_V
1	S	D	Tous	27,47	162,2	175,3		70,0	Essai préliminaire**	EST_A
1	C	ND	Modules	29,08					Fuite sur milieu poreux Essai non exploitable	EST_P
1	C	ND	Modules	29,41					Calcul des modules poroélastiques	EST_Q

Tableau 4. 1 : Synthèse de la campagne de mesure réalisée sur le carbonate d'Estailades

S : essais par paliers de pression (Stepwise) ; C : essais en chargement Continu ; D : essais Drainés ; ND : essais Non Drainés

Les cases grisées correspondent aux valeurs non déterminées (stabilité de la mesure ou utilisation de la membrane pleine)

* Essais non commentés dans ce chapitre car non exploitables. ** Essai présenté dans la section 4.3.1.

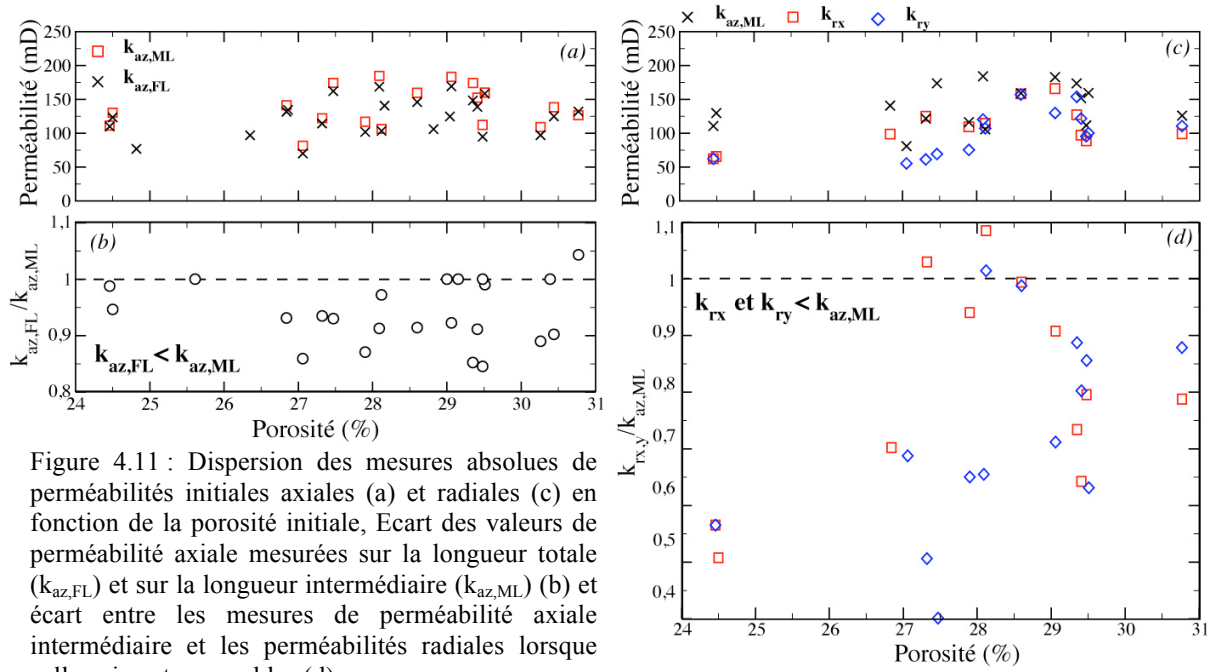
4.3.3. Fluctuations des perméabilités directionnelles

La figure 4.11.b montre la dispersion entre les mesures de perméabilités axiales mesurées sur la longueur totale de l'échantillon et celles mesurées sur la longueur intermédiaire par les prises de pression locales. Les fluctuations de perméabilités peuvent être importantes entre les différents échantillons. Les valeurs de $k_{az,ML}$ varient en effet entre 80 et 180mD. Il est à noter que cette dispersion ne semble pas corrélable à la porosité des échantillons. Cependant, la dispersion entre les deux mesures est beaucoup moins marquée que dans le cas des grès. Celles-ci sont cohérentes ou s'écartent au maximum de 15% ; la valeur de $k_{az,ML}$ étant généralement supérieure à celle de $k_{az,FL}$. Sur ce matériau, les effets de bord semblent donc moins prononcés sur la mesure de perméabilité dans la direction axiale. Les mesures de la perméabilité axiale sur la longueur totale de l'échantillon, en chargement continu, ne doivent par conséquent pas être entachées par les artefacts expérimentaux.

La figure 4.11.d présente la comparaison des valeurs de perméabilités radiales initiales k_{rx} et k_{ry} à celles mesurées dans la direction axiale. Les valeurs reportées ont été calculées sur la base d'un facteur géométrique constant $G=5,5$. On note dans ce cas un écart pouvant atteindre 60% entre les mesures axiales et radiales. Par ailleurs, lorsqu'elles ont pu être mesurées dans les deux directions, les perméabilités radiales peuvent aussi présenter des différences significatives. Les mesures ont été réalisées sur des échantillons orientés de façon identique. Une éventuelle anisotropie initiale du matériau ne pourrait à elle seule expliquer les écarts de perméabilités directionnelles mesurés. Une redéfinition du facteur géométrique par la considération de cette éventuelle anisotropie (voir section 2.5.3) est donc impossible compte tenu de cette dispersion. Les facteurs pouvant limiter cette approche sont :

- les hétérogénéités à l'échelle de l'échantillon ; la présence d'un amas d'agrégats denses au voisinage des injecteurs radiaux peut être à l'origine d'une inhomogénéité de l'écoulement et par conséquent induire une erreur significative sur le calcul du facteur géométrique.
- les fluctuations des conditions d'écoulement radial d'un essai à l'autre, qui peuvent être liées à un endommagement précoce des frittés placés au contact de l'échantillon, lors de la mise en pression initiale du dispositif.

Les évolutions de perméabilité présentées par la suite seront donc normalisées par rapport à leur valeur initiale, afin de ne rendre compte que des évolutions du différentiel de pression au cours du chargement indépendamment des effets d'hétérogénéités et/ou des artefacts expérimentaux.



4.4. Détermination des propriétés mécaniques du carbonate d'Estailades

Nous n'aborderons dans cette section que les essais en chargement 'uniaxial', c'est-à-dire à $K=0$ et en chargement hydrostatique c'est à dire à $K=1$ en conditions drainée et non drainée.

4.4.1. Modules élastiques effectifs.

Les mesures de déformations volumiques réalisées au cours des essais sur les échantillons EST_I, EST_J et EST_V donnent des valeurs de module de compressibilité K_d respectivement de 3,75GPa, 2,83GPa et 4,21GPa. L'origine de cette dispersion des modules est essentiellement liée :

- aux fluctuations de porosité entre les différents échantillons (voir tableau 4.2.). Il est généralement admis qu'au plus la valeur de porosité est forte, au plus le module d'incompressibilité est faible (Zimmerman, 1991), ce qui est en accord avec les modèles de milieux effectifs (Modèles de Brandt, Walton et Digby présentés par Mavko et al., 1998).
- à la présence, la taille et la répartition des amas d'agrégats denses induisant localement les contrastes de densités observables en tomographie RX.

	EST_I	EST_J	EST_V	EST_A*
Porosité (%)	28,76	29,06	24,82	27,46
K_d (GPa)	3,75	2,83	4,21	3,65

Tableau 4.2 : Synthèse des valeurs de module de compressibilité déduites des essais en compression hydrostatique. * Essai préliminaire (voir section précédente)

Les modules d'Young et les coefficients de Poisson, présentés dans le tableau 4.2., obtenus pour les différents essais à $K=0$ montrent également une certaine dispersion.

	EST_B	EST_H	EST_X	UCS
Porosité (%)	29,51	28,12	26,35	*
E (GPa)	6,52	8,13	5,18	8,49
ν	0,24	0,27	**	***
Contrainte axiale à la rupture σ_a^* (MPa)	21	18,2	24	14,8

Tableau 4.3 : Propriétés élastiques du carbonate d'Estailades déterminées au cours des essais en chargement 'uniaxial'. UCS (Uniaxial Compressive Strength) désigne un essai complémentaire réalisé à l'état sec * sur un banc de compression simple. ** Problème d'enregistrement de la déformation radiale de l'échantillon. *** Mesure sans jauge de déformation radiale.

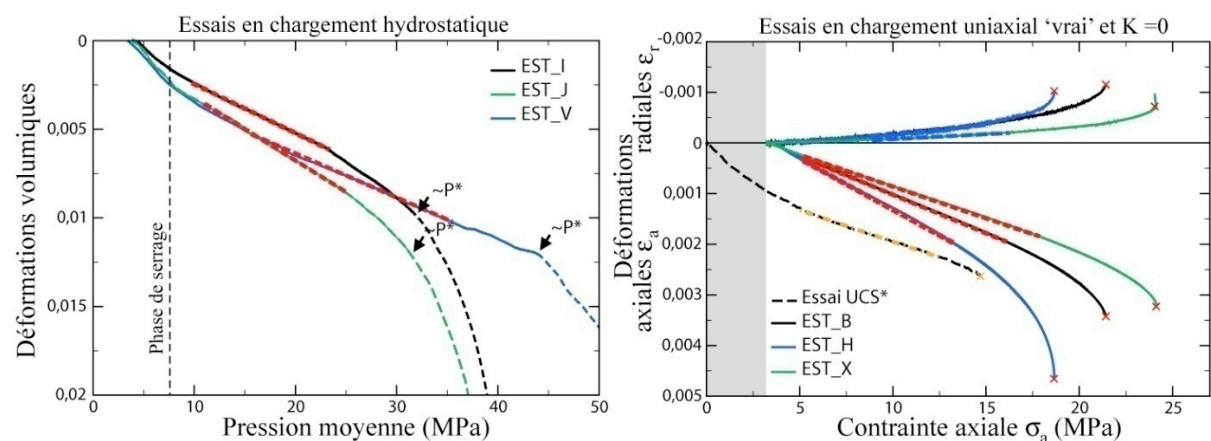


Figure 4.12 : Evolutions des déformations volumiques pour trois essais en chargement hydrostatique drainé, trois essais à $K=0$, et un essai réalisé à l'état sec sur un banc de compression simple (référéncé UCS)

4.4.2. Essais avec couplage poromécanique : Echantillon EST_Q

Deux essais ont été réalisés en condition non drainée, en vue de calculer les modules d'incompressibilité 'non drainé' K_u , le module d'incompressibilité de la phase solide K_s et d'en déduire la valeur du coefficient de Biot pour le carbonate d'Estailades (définis au chapitre 3, équations (3.6) et (3.8)).

Les conditions de chargement de l'échantillon 'EST_Q' sont synthétisées dans la figure 4.13. Comme nous l'avons déjà évoqué, le dispositif expérimental n'était pas équipé lors de la réalisation des essais de capteur de pression de pore en condition non drainée. Par conséquent, la détermination du coefficient de Biot passe par la réalisation d'un essai, au cours duquel on fait varier la pression de pore à contrainte confinante constante (voir équation 3.7)

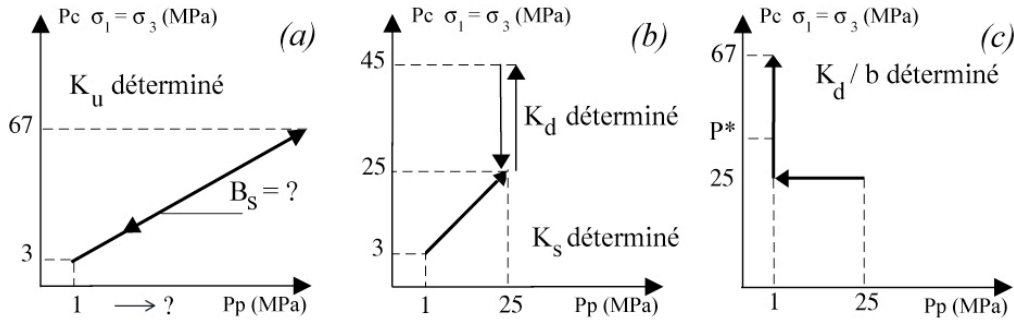


Figure 4.13 : Essais réalisés sur l'échantillon EST_Q afin de déterminer les paramètres de couplage poromécanique du carbonate d'Estailades. (a) Essai non drainé, (b) Essai drainé à $\Delta P_p = \Delta P_c$ puis ΔP_c à P_p constant, (c) Essai drainé ΔP_p à P_c constant, puis ΔP_c à P_p constant.

Les figures 4.14 à 4.16 présentent les évolutions des déformations axiales, radiales et volumiques au cours des trois essais décrits dans la figure 4.13.

Comme nous l'avons observé sur les grès, les phénomènes de friction au niveau du piston supérieur sont également marqués lors de la décharge (voir figure 4.14). Le module d'incompressibilité K_u est par conséquent mieux déterminé lors de la montée en pression. La valeur de K_u , pour cet échantillon, est de $\sim 7,05 GPa$.

Pour le chargement à $\Delta P_p = \Delta P_c$ la déformation axiale évolue de façon singulière. En effet, celle-ci tend à se stabiliser à $15 MPa$, puis à s'inverser au-delà de $20 MPa$. La valeur du module d'incompressibilité de la phase solide, déduite uniquement de la partie purement élastique des déformations, est de $K_s = 19,66 GPa$. Comme nous l'avons observé dans le cas des grès, le module d'incompressibilité de la phase solide est ici très largement inférieur au module du minéral constitutif du matériau ; le module d'incompressibilité de la calcite est en effet de l'ordre de $75 GPa$. Lion et al. (2004), en suivant la même méthodologie de mesure sur un carbonate oolithique, obtiennent un module d'incompressibilité K_s de $63,25 GPa$. La très faible valeur de K_s obtenu via notre dispositif montre clairement les limites de notre dispositif, liée principalement à la position externe des capteurs LVDT. La résolution de ce type de capteur, ainsi que l'intégration des déformations du dispositif, ne permettent donc pas une mesure suffisamment précise des paramètres du couplage hydro-mécanique et spécifiquement pour les essais n'induisant que de très faibles déformations (voir figure 4.15.a).

Pendant la seconde partie de la montée en charge à P_c constant, on déduit une valeur du module d'incompressibilité $K_d = 3,96 GPa$. Compte tenu de la porosité de l'échantillon (29,5%), cette valeur est cohérente avec celle calculée lors des essais hydrostatiques décrits dans la section précédente.

Enfin pour le dernier essai, la diminution de P_p à P_c constante, permet de déterminer le rapport $K_d/b \sim 5,95 GPa$. La seconde partie du chargement induit une forte compaction à la pression critique d'effondrement des pores à $P^* = 31 MPa$.

A partir de l'équation (3.6), on en déduit la valeur du coefficient de Biot $b = 0,66$. Enfin, ayant calculé toutes les variables de l'expression (3.10), nous sommes en mesure de déterminer celle du coefficient de Skempton, $B_s = 0,54$ (valeur entachée d'une forte erreur liée à la mesure de K_s). Néanmoins, l'application de cette méthodologie à notre dispositif se trouve limiter par la résolution

des mesures de déformations. Afin d'obtenir une meilleure définition de l'ensemble des modules, il sera évidemment nécessaire de procéder à de nouvelles expériences sur un dispositif plus adapté, et ce pour obtenir une mesure plus précise des déformations.

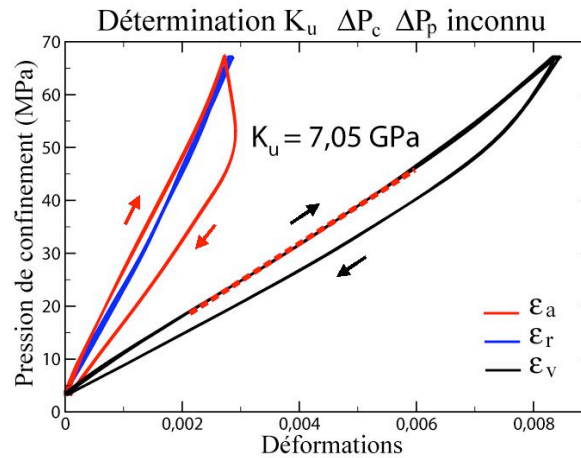


Figure 4.14 : Evolution des déformations au cours d'un chargement hydrostatique non drainé (voir figure 4.13.a)

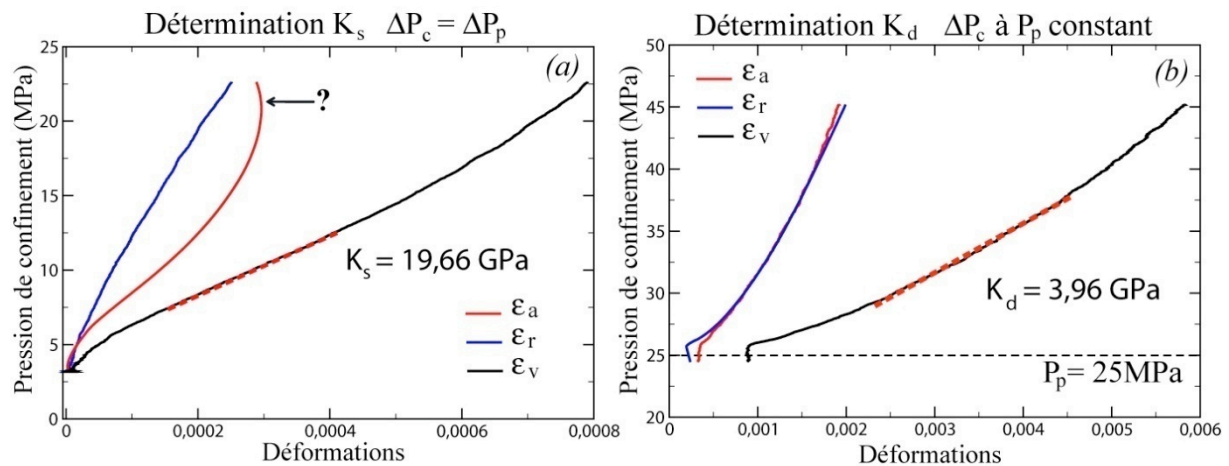


Figure 4.15 : Evolutions des déformations pour un chargement à $\Delta P_c = \Delta P_p$ (a), puis à ΔP_c à $P_p = 25\text{MPa}$ (b) correspondant à la limite en pression de la pompe (voir figure 4.13.b). Lors de cet essai, les déformations axiales évoluent singulièrement en fin de chargement.

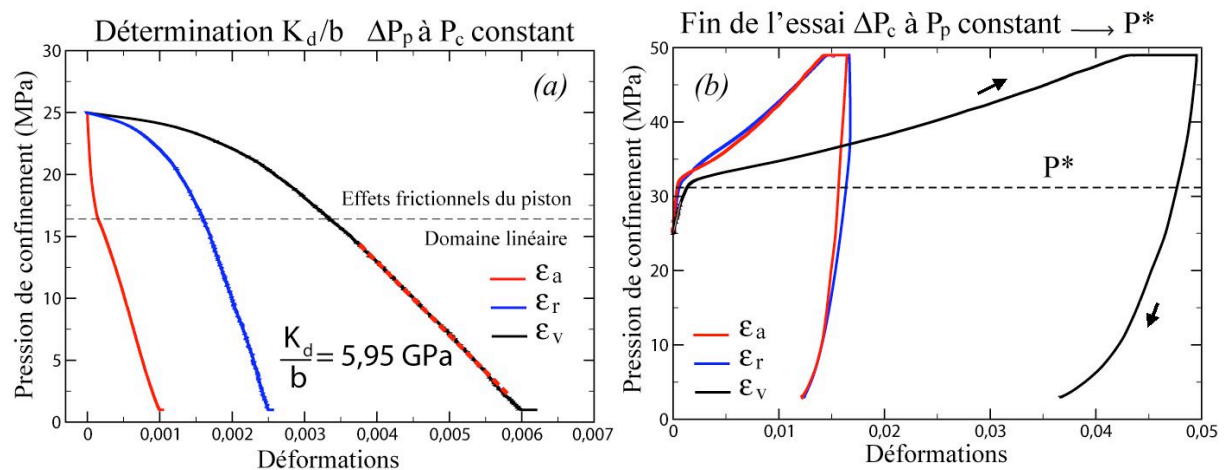


Figure 4.16 : Evolutions des déformations en chargement hydrostatique drainé (voir figure 4.13.c), (a) diminution de P_p à P_c constant, (b) augmentation de P_c à P_p constant.

4.5. Chemin de chargement et mécanismes d'endommagement

Dans cette section, nous présentons les mécanismes d'endommagement mis en place pour les différents chemins de chargement réalisés. Comme nous l'avons vu dans la section 4.3, les hétérogénéités structurales observables à l'échelle macroscopique sont à l'origine de fluctuations importantes des valeurs de perméabilités mesurées d'un échantillon à l'autre. Il est évident que ces hétérogénéités vont également avoir un impact sur la réponse mécanique des échantillons. Par conséquent, pour un même chemin de chargement, l'expression de cet endommagement peut varier significativement d'un échantillon à l'autre, nécessitant souvent une présentation au cas par cas des évolutions de la déformation en cours d'essai. Lorsque la discussion porte sur le comportement particulier d'un échantillon, le lecteur est donc invité à se référer à l'**Annexe 1**, présentant pour chaque essai, les évolutions des déformations axiales, radiales et volumiques, ainsi que les évolutions mesurées de porosité ou de perméabilité.

4.5.1. Fracturation en régime fragile

Pour des chemins de chargement compris entre $K=0$ et $K=0,125$, l'endommagement est localisé et se manifeste par la rupture fragile des échantillons. Pour cette série d'essais, le type et l'orientation de la fracture sont assez variables en fonction du chemin de chargement et de l'échantillon testé. De plus, l'endommagement s'exprime alors soit par la propagation d'une fracture unique, soit par la propagation de deux fractures conjuguées.

Dans le premier cas, la trace de la fracture est généralement facilement observable à la surface de l'échantillon. Elle est généralement marquée soit par une ouverture, soit par une forte densification au sein d'une bande de cisaillement, généralement observée à $K \geq 0,125$. Dans ce cas, la détection de la localisation est aisée et correspond à une forte divergence de la réponse des deux voies du capteur de déformations radiales, liée au mouvement relatif des deux blocs de l'échantillon séparés par la fracture.

Dans le second cas, l'apparition de fractures conjuguées mène généralement à la ruine de l'échantillon. En effet, la cellule n'étant pas asservie en vitesse de déformation, ce type de localisation induit un fort écrasement de l'éprouvette et un poinçonnement important à l'intersection des deux fractures. Dans ce cas, les réponses des deux voies du cantilever montrent alors une forte dilatation, puis tendent à saturer à la limite de gamme du capteur (exemple EST_R).

On observe également que la direction de fracturation évolue à mesure que la valeur du déviateur diminue. A $K=0$, la fracture se propage entre 30 et 45° de la direction de contrainte axiale. A condition d'avoir stoppé la compression suffisamment tôt, la fracture reste suffisamment ouverte pour être observable en tomographie (exemple EST_B sur la figure 4.17). A plus forte contrainte de confinement, on observe un basculement systématique de la fracture qui tend à se propager entre 45 et

60° de la contrainte axiale, en règle générale dans la partie supérieure de l'échantillon. Dans ce cas, la fracture peut traverser l'échantillon sur tout son diamètre ou ne se propager que dans le coin supérieur de celui-ci. Pour un grès, Bésuelle et al. (2000) associent le basculement de la fracture par rapport à la contrainte axiale, à l'augmentation de la contrainte de confinement et donc à la diminution du déviateur. Or nous observons dans le cas du carbonate d'Estailades, que pour un même chemin de chargement, l'orientation et l'expression de la fracturation peuvent être sensiblement différentes. Au premier ordre, celles-ci semblent donc contrôlées plutôt par la présence des hétérogénéités structurales au sein de l'échantillon testé. Dans le chapitre 6, nous reviendrons sur ce point à travers l'observation in-situ des hétérogénéités du champ de déformations affectant le carbonate d'Estailades en compression uniaxiale. La figure 4.17. montre les profils de porosité obtenus sur les échantillons EST_B et EST_0 après chargement selon $K=0$ et $K=0,125$ respectivement.

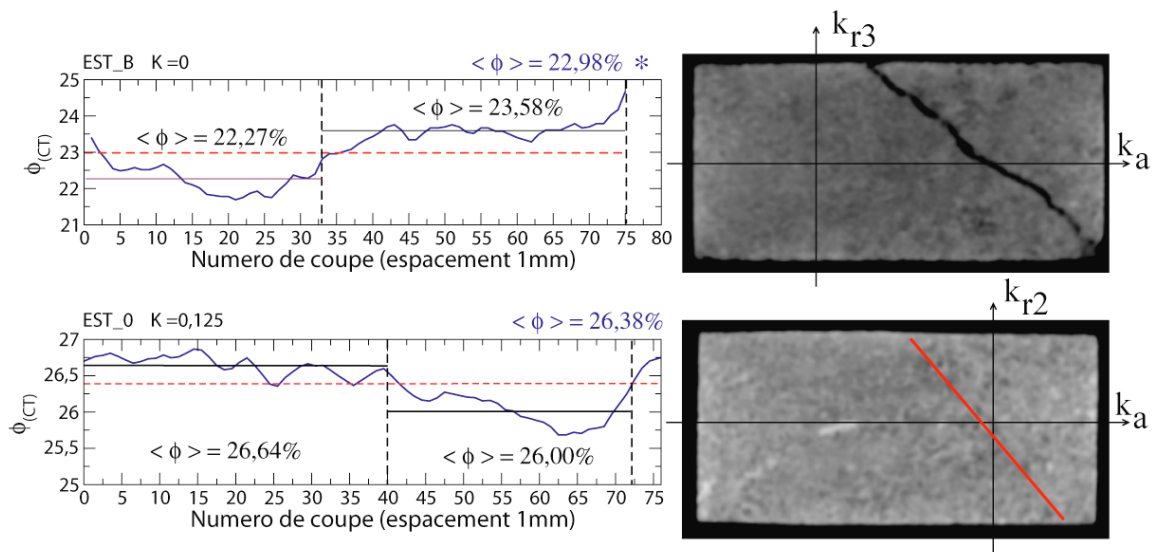


Figure 4.17 : Profils de porosité obtenus à partir des courbes de densité radiologique sur les échantillons EST_B et EST_H après essais. Les coupes sont acquises du bas vers le haut de l'échantillon. Les valeurs des porosités moyennes sur l'intégralité de l'échantillon (bleue), dans la zone saine (en bas de l'échantillon) et dans la zone affectée par la fracture (haut de l'échantillon) sont reportées. Pour chaque échantillon, une coupe sagittale est présentée, ainsi que les directions de mesures de perméabilité, qui seront discutées dans la section 4.7. (*Les valeurs de porosité mesurées sont sous-estimées en raison de l'absorption de la gaine thermo-rétractable permettant le maintien de l'échantillon)

4.5.2. Régimes de compaction

a) Régimes de compaction localisée en cisaillement

A $K=0,25$, on entre dans un régime transitionnel ; les déformations radiales dans le régime élastique indiquent un 'bombement' de l'échantillon mais la déformation volumique moyenne est clairement compactante. Selon la définition de Wong et al. (1997), ce régime semi-fragile correspond à une localisation sous la forme d'une bande de cisaillement induisant une compaction macroscopique

de l'échantillon. Comme dans le régime fragile, le comportement peut différer d'un échantillon à l'autre, la transition entre ces deux régimes de déformation est difficile à établir.

Pour le premier essai réalisé à $K=0,25$ (échantillon EST_F), l'évolution des déformations radiales et axiales traduisent un comportement purement fragile. En effet, la réponse des capteurs est similaire à celle des essais précédents, la localisation est instantanée et se traduit par la propagation d'une fracture en haut de l'échantillon, associée à un fort relâchement des contraintes. Néanmoins, il s'agit du seul échantillon testé à $K \geq 0,25$ présentant ce type comportement.

Pour les autres essais conduits à $K = 0,25$ et $K=0,375$, les déformations montrent une évolution en trois temps :

- Le régime élastique est marqué par une faible compaction de l'échantillon. Puis, au seuil de pression critique C^* , la déformation axiale tend à diverger fortement sous l'effet de la compaction cisaillante. En opposition, aucune évolution notable des déformations radiales n'est enregistrée. Il est à noter que cet endommagement ne s'accompagne pas d'un relâchement de contraintes.
- Avec l'augmentation de la pression, on rentre dans un domaine restreint correspondant à une stabilisation de la déformation axiale. Celui-ci est généralement très peu marqué pour les échantillons testés à $K=0,25$.
- Suite à cet épisode, un nouveau seuil caractéristique est alors atteint, pour lequel les déformations radiales montrent une dilatation plus ou moins importante de l'échantillon. Cette pression critique, notée $C^{*'}$, correspond au passage d'un régime de compaction à un régime de dilatance cataclastique.

Ce type de comportement a d'ores et déjà été mis en évidence expérimentalement dans le grès de Lance (Schock et al, 1973), dans des carbonates compacts (Baud et al. 2000 ; Schubnel et al. 2005) et d'autres plus poreux (Vajdova et al. 2004). Même pour de fortes déformations axiales (7%), les auteurs s'accordent à ne pas observer de marqueur de la localisation malgré la forte dilatation mise en jeu. Les mêmes observations ont été faites sur nos échantillons après essais. En effet, les échantillons macroscopiques ne présentent qu'un léger bombement ('effet de tonneau') mais sans évidence de localisation.

De plus, ce régime de dilatance est marqué par une très forte diminution de la porosité, suivant les mêmes évolutions que la déformation volumique (échantillons EST_U et EST_Z). Pendant la phase de décharge de l'échantillon sollicité à $K=0,375$, la valeur de la porosité tend à augmenter de nouveau significativement (+1%). Cette ouverture de porosité correspond, nous le verrons à travers l'analyse microscopique à la création de microfissures lors du relâchement des contraintes. La figure 4.18. illustre la dépendance à la pression de confinement des pressions critiques $C^{*'}$ pour les études citées précédemment.

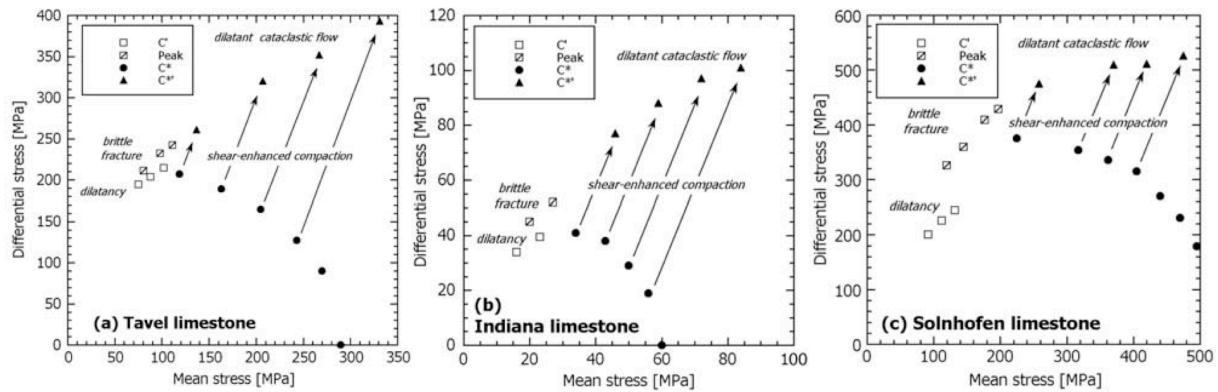


Figure 4.18 : Représentation dans le diagramme P' - q des pressions critiques C' , C^* , C'^* et P^* déduite d'essais triaxiaux conduits sur le carbonate de Solnhofen (Baud et al. 2000), et les carbonates d'Indiana et de Tavel (Vajdova et al. 2004). (D'après Vajdova et al. 2004)

Ce comportement n'est pas visible pour des chemins de chargement à plus grand K , et ce, en raison des limites en pression de notre dispositif. En conséquence, les essais réalisés à $K=0,5$ montrent uniquement une faible dilatation transverse de l'échantillon après le seuil de rupture C^* . Celle-ci est associée aux mécanismes de cisaillement compactant.

L'étude comparative des profils de porosité sur des échantillons déformés dans ce régime montre deux types d'évolutions, présentées sur la figure 4.19. Les coupes sagittales présentées pour ces deux échantillons ne permettent pas l'identification de structure en bandes de cisaillement caractéristiques de ce mode de déformation. L'échantillon EST_Z montre que la diminution de porosité n'est pas homogène au sein de l'échantillon. Les zones initialement les plus poreuses sont celles qui présentent localement les plus fortes chutes de porosité. En opposition les zones les plus denses, situées dans la partie inférieure de l'échantillon, sont peu affectées par la compaction. A l'inverse, la même analyse sur l'échantillon EST_U montre que la compaction affecte celui-ci de manière homogène, indépendamment des fluctuations locales de la porosité initiale. Parmi tous les essais conduits jusqu'aux limites en pression de la cellule, il est à noter que les échantillons chargés à $K=0,5$ montrent la plus forte densification en tomographie. En effet, l'initiation de la compaction apparaît pour des contraintes axiales relativement faibles, et permettent donc d'atteindre le domaine de durcissement de l'échantillon. Les taux de déformations plastiques atteints à la fin de l'essai sont donc beaucoup plus importants.

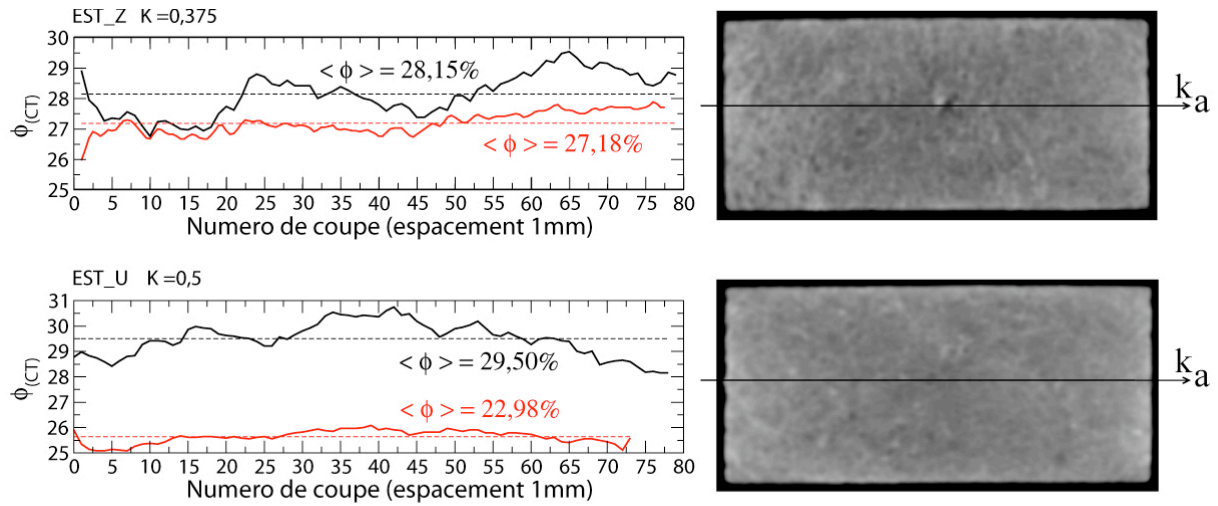


Figure 4.19 : Comparaison des profils de porosité obtenus à partir des courbes de densité radiologique sur les échantillons EST_Z et EST_U avant (noire) et après (rouge) essai. Pour chaque échantillon, une coupe sagittale est présentée, ainsi que la direction de mesure de perméabilité, qui sera discutée dans la section 4.3. (Ces échantillons ont fait l'objet d'une mesure d'évolution de porosité, et donc ne donnent accès qu'à la mesure de perméabilité axiale $k_{az,FL}$)

b) Régime de compaction diffuse

Les essais conduits à $K \geq 0,75$ montrent une accommodation de la déformation purement compactante après le seuil de pression critique C^* . Les déformations volumiques diminuent fortement en raison de l'effondrement du réseau poreux. A plus forte pression effective, la déformation tend à évoluer linéairement avec la pression effective. Cette phase correspond au durcissement de l'échantillon et à un endommagement plastique homogène de l'échantillon, déjà mis en évidence pour les essais à $K=0,5$. Comme l'illustre la figure 4.20., l'analyse comparative des profils de densité radiologique avant et après essais mettent une nouvelle fois en évidence l'impact des hétérogénéités structurales sur la compaction macroscopique. La très forte hétérogénéité de porosité initiale observable sur le profil de 'EST_V' est conservée après essai. Toutefois, il semble que la compaction soit plus intense dans les zones initialement les plus poreuses. A l'inverse, comme pour l'échantillon EST_U, le profil de porosité de 'EST_T' montre une atténuation des fluctuations locales liées aux hétérogénéités initiales. Cette différence de comportement peut être expliquée par deux aspects liés d'une part à la taille caractéristique des hétérogénéités structurales et d'autre part aux taux de déformations mis en jeu entre les deux essais. En effet, de tous les échantillons testés, 'EST_V' est celui présentant les plus fortes variations intrinsèques de porosité. Celles-ci sont liées à une alternance entre des zones composées essentiellement de clastes denses et des zones plus poreuses, clairement visibles sur la figure 4.4. La conséquence directe de la faible porosité globale induite par ces hétérogénéités, est l'augmentation de la pression d'effondrement de la porosité P^* . En raison des limites expérimentales, le durcissement ne peut alors être observé. Il semble donc que l'homogénéisation du profil de porosité dans l'échantillon soit liée à cette phase de durcissement.

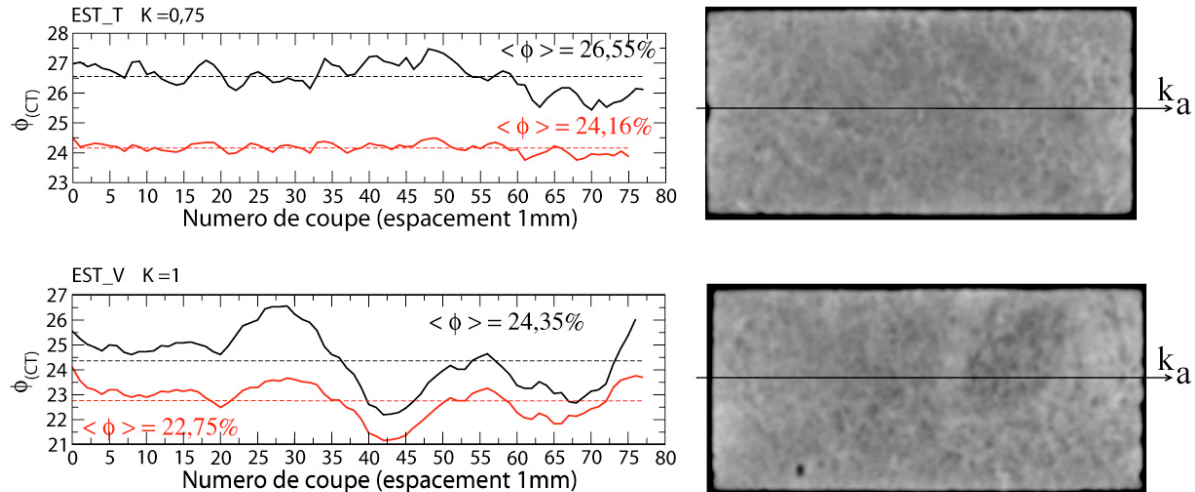


Figure 4.20 : Comparaison des profils de porosité obtenus à partir des courbes de densité radiologique sur les échantillons EST_T et EST_V avant (noire) et après essai (rouge). Pour chaque échantillon, une coupe sagittale est présentée, ainsi que la direction de mesure de perméabilité dans ce plan (Ces échantillons ont fait l'objet d'une mesure d'évolution de porosité, et donc ne donne accès qu'à la mesure de perméabilité axiale $k_{az,FL}$).

La figure 4.21. présente une synthèse des évolutions des déformations axiales, radiales et volumiques mesurées pour un échantillon représentatif des trois essais réalisés pour chaque chemin de chargement. Les déformations radiales sont moyennées sur un intervalle de 3 minutes afin d'éliminer le bruit associé à la réponse du cantilever. Pour éviter les recoupements entre les courbes de déformations axiales et volumiques, nous présentons le tiers de la valeur de cette dernière. Associées à chacune de ces courbes, sont représentées les structures affectant l'échantillon macroscopiquement et imagées par tomodensitométrie. Ces résultats montrent clairement le passage progressif entre le régime de déformation fragile et le régime de déformation cataclastique, avec l'augmentation du paramètre de chemin de chargement. Le passage entre régime d'endommagement fragile et compactant cisailant n'est pas bien contraint, comme nous l'avons vu à $K=0,25$, les deux types de mécanismes peuvent être observées à la rupture.

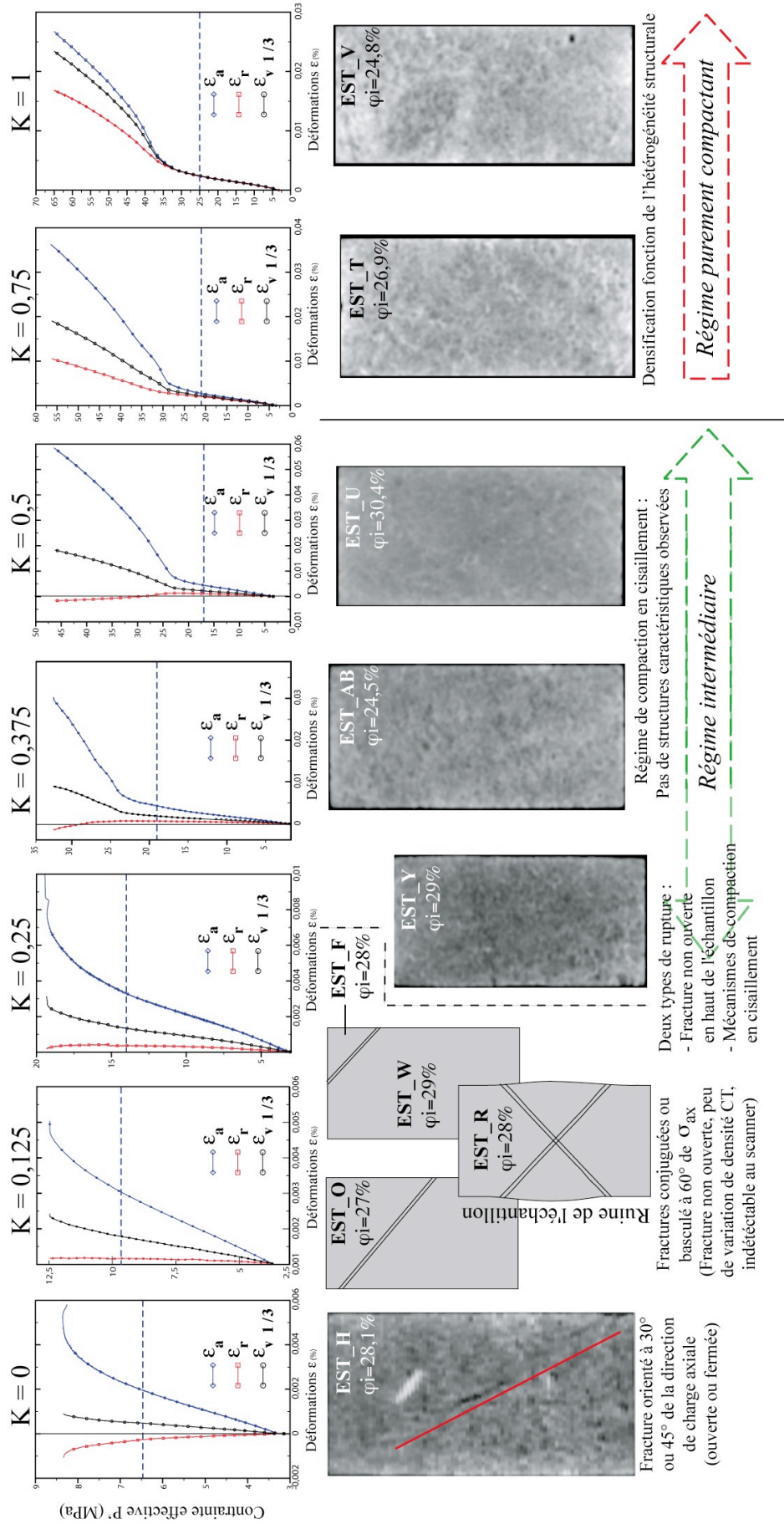


Figure 4.21 : Synthèse des mécanismes observés à l'échelle macroscopique avec l'augmentation du chemin de chargement (de gauche à droite)

Partie haute: Evolution des déformations axiales, radiales et du tiers des déformations volumiques avec la contrainte moyenne effective P'

Partie basse: Exemple de l'expression de l'endommagement à l'échelle macroscopique, imagée par tomodesistométrie, ou schématisée à partir des observations directes des échantillons après essai.

4.6. Effet du chemin de chargement sur les compressibilités

Habituellement exprimée par rapport à un incrément de contrainte hydrostatique, nous définissons la compressibilité totale de l'échantillon (Bulk compressibility) C_{bc} , en fonction de la variation du volume totale (V_b) pour un incrément de pression effective P' , à pression de pore P_p constante :

$$C_{bc} = \frac{1}{V_b} \left(\frac{\partial V_b}{\partial P'} \right)_{P_p} . \quad (4.1)$$

Pour ce même incrément de pression effective, nous définissons les compressibilités de la phase poreuse (C_{pc}), définie par la relation suivante, en fonction de la variation du volume de pore (V_p) :

$$C_{pc} = \frac{1}{V_p} \left(\frac{\partial V_p}{\partial P'} \right)_{P_p} . \quad (4.2)$$

4.6.1. Effet d'hétérogénéité sur la compressibilité totale

Les compressibilités et leurs inverses, c'est à dire les modules d'incompressibilité, sont présentés dans le tableau 4.4. Les fluctuations sur les valeurs de compressibilité d'un essai à l'autre sont assez importantes. Celles-ci doivent, en première approximation, être liées aux hétérogénéités de porosité (Zimmerman, 1991). En conséquence, une dépendance à la porosité devrait être extraite de ces mesures. La théorie des milieux effectifs prévoit effectivement une augmentation de la compressibilité avec l'augmentation de la porosité (Walsh, 1965). Suivant cette approche, Baud et al. (2000) montrent que la dépendance de la compressibilité peut être modélisée par la réponse hydrostatique d'inclusion de pores équants dans une matrice homogène :

$$\frac{C_{bc}}{C_s} = 1 + \frac{3}{2} \frac{(1 - \nu_r)}{(1 - 2\nu_r)} \frac{\varphi}{(1 - \varphi)} , \quad (4.3)$$

avec C_s la compressibilité de la phase minérale. Soit pour la calcite, $C_s = 0,014 GPa^{-1}$.

Applicable pour les calcaires de faible porosité (calcaire de Solnhofen dans l'étude de Baud et al. (2000)), Vajdova et al. (2004) démontrent que cette approche ne permet pas de rendre compte des évolutions de compressibilité des carbonates de plus forte porosité (Indiana et Tavel), car les pores ne peuvent plus être considérés comme isolés et forment un réseau au sein de la matrice solide. Pour les mêmes raisons que celles invoquées précédemment, ce type de modélisation ne permet pas de rendre compte des valeurs de compressibilité macroscopique du carbonate d'Estailades. En effet, les valeurs

de compressibilité calculées par ce type d'approche sont ~10 fois plus faibles que celles déterminées expérimentalement.

Si la modélisation ne permet pas de rendre compte de la compressibilité moyenne de l'ensemble des échantillons, une seconde observation importante résulte de la non dépendance des compressibilités à la porosité entre les différents échantillons (tableau 4.4). Si Vajdova et al. (2004) proposent une modélisation basée sur la considération des interactions entre les pores, il semble que celle-ci ne pourra être satisfaisante, si les hétérogénéités de porosité et de densité ne sont pas prises en compte. Les fluctuations de porosité ne peuvent en effet expliquer à elles seules les fluctuations observées sur les valeurs de compressibilité.

Echantillon	Chemin K	Porosité (%)	C_{bc} (GPa ⁻¹)	K_d (GPa)
EST_H	0	28,12	0,43	2,33
EST_B	0	29,51	0,21	4,79
EST_X*	0	26,35	0,32	3,13
EST_O	0,125	27,32	0,34	2,94
EST_R	0,125	27,90	0,31	3,24
EST_W*	0,125	28,82	0,39	2,54
EST_F	0,25	28,08	0,31	3,22
EST_N	0,25	29,35	0,30	3,33
EST_Y*	0,25	29,04	0,32	3,15
EST_AB	0,375	26,84	0,32	3,09
EST_AD	0,375	24,46	0,43	2,33
EST_Z*	0,375	28,91	0,38	2,66
EST_E	0,5	30,44	0,34	2,97
EST_L	0,5	29,48	0,30	3,31
EST_U*	0,5	30,39	0,30	3,29
EST_G	0,75	27,13	0,26	3,81
EST_M	0,75	29,41	0,36	2,81
EST_T*	0,75	26,86	0,21	4,31
EST_I	1	28,76	0,35	3,75
EST_J	1	29,06	0,27	2,83
EST_V*	1	24,82	0,24	4,21

Tableau 4.4 : Synthèse des compressibilités et des modules d'incompressibilité associés pour l'ensemble des échantillons. * Essai réalisés sur membrane pleine.

4.6.2. Evolutions des compressibilités avec l'endommagement

Nous présentons dans cette section les évolutions de compressibilités mesurées uniquement à partir des essais drainés de mesure de la porosité. Ils permettent donc, sur un même échantillon, de calculer simultanément la compressibilité de pore et la compressibilité totale. Pour ces essais, les compressibilités C_{bc} et C_{pc} sont liées à la valeur de porosité selon l'expression (Mavko et al., 1998) :

$$C_{bc} = C_s + \varphi C_{pc} . \quad (4.4)$$

Pour les chemins de chargement $K > 0,25$, on observe une diminution d'un facteur ~ 2 de la compressibilité de pore, lorsque la contrainte effective atteint une valeur $\sim 10\text{MPa}$, associée à la réponse inélastique du matériau en début de chargement. Dans le régime élastique, la valeur moyenne de compressibilité calculée à $K=1$ ('EST_V') est de $\sim 0,24\text{GPa}^{-1}$, soit $\langle K_d \rangle = 4,21\text{GPa}$, pour une valeur de compressibilité de la phase poreuse de $\sim 0,81\text{GPa}^{-1}$, soit $\langle K_\phi \rangle = 1,23\text{GPa}$. D'après la relation 4.4, la valeur de porosité recalculée à partir de ces valeurs est de 27,96%, et est donc supérieure à celle de l'échantillon considéré (24,81%).

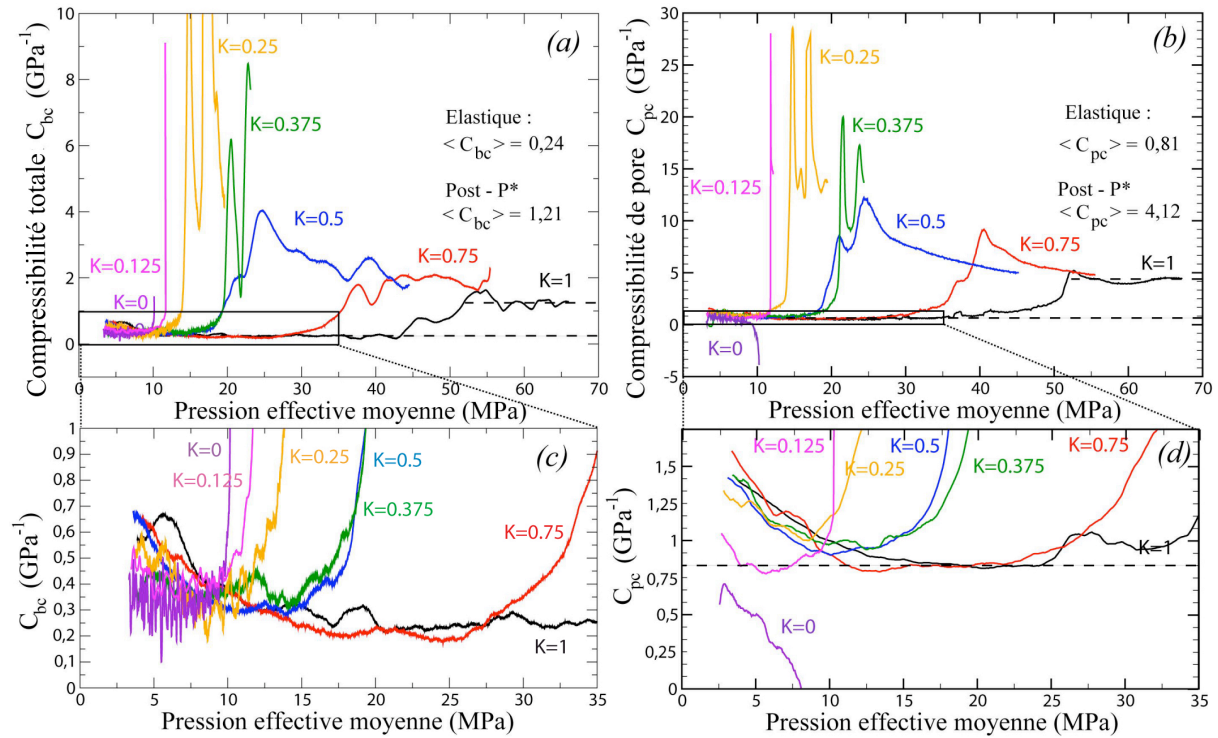


Figure 4.22 : Evolution des compressibilités totale et de phase poreuse en fonction de la contrainte effective moyenne, calculées pour les 7 essais de mesure de la porosité, pour la totalité de l'essai (a et b respectivement) et uniquement dans la partie élastique (c et d respectivement)

L'entrée dans le régime inélastique marque une augmentation progressive des compressibilités, qui diverge fortement une fois la pression de rupture atteinte. Seul l'essai à $K=0$ montre une tendance différente, les compressibilités de pore et totale suivent des évolutions inverses. La première tend en effet à diminuer lors de la dilatance, traduisant une augmentation de la porosité probablement liée à l'ouverture de microfissures.

Les mécanismes successifs de cisaillement compactant puis de dilatation transverse mis en évidence pour les chemins intermédiaires à $K=0,25$ et $K=0,375$ apparaissent ici clairement. Les compressibilités montrent en effet une évolution en trois temps. A la pression critique C^* , on observe une forte augmentation, liée à l'activation des mécanismes de compaction cisailante, suivie par une stabilisation, puis à nouveau une forte augmentation liée aux mécanismes de dilatance, mis en jeu à la pression C^{**} .

Pour les chemins de chargement supérieurs, l'effondrement de la porosité induit également une augmentation des compressibilités totale et de pore. L'amplitude de cette augmentation est rigoureusement la même pour C_{bc} et C_{pc} , c'est à dire d'un facteur ~ 12 à $K=0,5$, ~ 10 à $K=0,75$ et ~ 5 à $K=1$. Dans le cas hydrostatique une fois la pression P^* atteinte, on observe, aux fluctuations de mesure près, une stabilisation rapide des compressibilités totale et de pore, autour de $\sim 1,21 GPa^{-1}$ et $4,12 GPa^{-1}$. Si l'augmentation est plus importante à la pression critique C^* , les compressibilités mesurées à $K=0,5$ et $K=0,75$ tendent à converger vers les valeurs obtenues dans le cas hydrostatique.

4.7. Evolutions des perméabilités directionnelles sous chargement

4.7.1. Perméabilités en régime de déformation fragile

A $K=0$, les perméabilités axiales et radiales (respectivement échantillons EST_H et EST_B) montrent une évolution similaire à celle observée dans le cas du grès de Bentheim. La perméabilité dans la direction axiale n'est que peu affectée lors de la dilatation de l'échantillon, une diminution de seulement 5% par rapport à la valeur initiale est mesurable à la rupture.

Pour l'échantillon EST_B, la direction de mesure radiale a été choisie car elle correspondait à la seule mesure exploitable à l'état initial. Celle-ci est réalisée perpendiculairement au plan de fracture observable après essai. L'écoulement dans la direction de mesure n'est cependant pas affecté par la fracture observée à l'état final, comme le montrait la figure 4.18. Lors de cet essai, une légère augmentation de la perméabilité radiale est toutefois observée après le seuil de dilatace. Cette augmentation est certainement la conséquence de l'ouverture de microfissures et de leur coalescence au sein de l'échantillon.

L'analyse de l'essai réalisé sur l'échantillon EST_X, c'est-à-dire à $K=0$, avec une mesure continue de l'évolution de la porosité, semble confirmer cette évolution. Dans le régime élastique, la porosité ne présente pas d'évolution significative. Dans le régime de dilatace, celle-ci tend à se stabiliser pour finalement légèrement augmenter juste avant la rupture. Cette création de porosité confirme l'ouverture de microfissures, et par conséquent l'augmentation de perméabilité radiale observée sur l'échantillon EST_B. A la rupture, l'ouverture de la fracture induit une forte augmentation de la porosité. Après la décharge, ouverture de la fracture est conservée en raison de la faible contrainte de confinement. Pour les deux premiers essais, malgré le maintien de cette ouverture et indépendamment de la direction de mesure, les perméabilités mesurées après la décharge de l'échantillon ne montrent globalement qu'une légère diminution de l'ordre de 10% de la valeur initiale. Seul la perméabilité axiale mesurée lors du dernier essai est plus fortement affectée par la fracture et montre une diminution de 40% par rapport à la valeur initiale.

A $K=0,125$, les diminutions de perméabilités sont beaucoup plus marquées. Comme nous l'avons vu dans la section 4.5, la fracture n'est plus ouverte mais est caractérisée par une forte densification, liée d'une part, au confinement plus important qui tend à la refermer après sa propagation, et d'autre part, au glissement des blocs induisant un certain cisaillement au sein de celle-ci. La mesure de porosité (EST_W) est d'ailleurs marquée par une forte chute au moment de la rupture. La fracture se propageant dans la partie haute de l'échantillon, elle affecte donc essentiellement la perméabilité dans la direction radiale 2 et la perméabilité axiale. Ceci est particulièrement visible pour l'échantillon EST_O, pour lequel on enregistre, après la décharge, une chute de 30 et 65% des perméabilités axiale et radiale 2 respectivement, alors que la perméabilité radiale 3 diminue de seulement 10%.

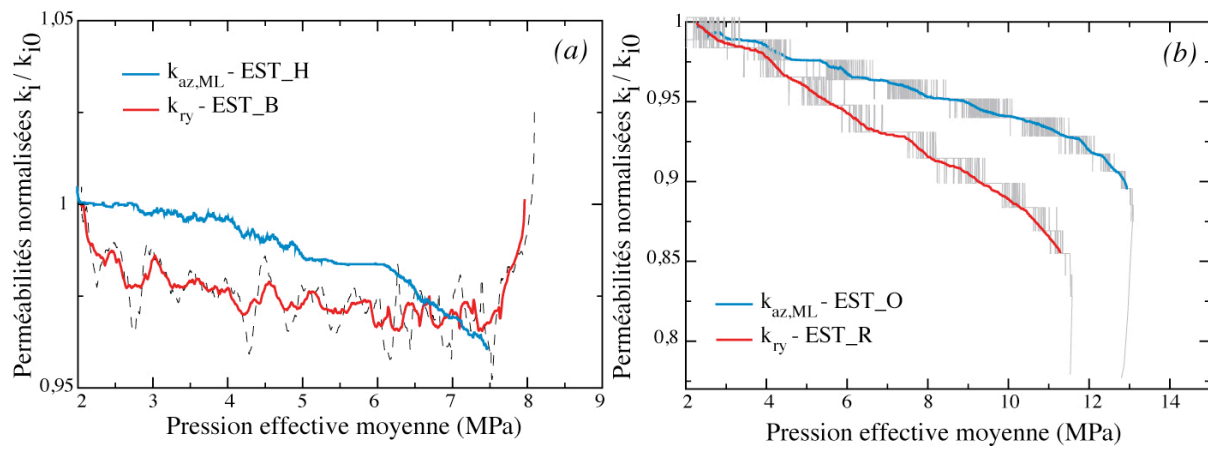


Figure 4.23 : Evolution des perméabilités directionnelles mesurées pour les essais à $K=0$ (a) et $K=0,125$ (b).

4.7.2. Influence du chemin de chargement sur les perméabilités.

La figure 4.24. présente les évolutions des perméabilités axiales et radiales normalisées k/k_0 en fonction de la contrainte moyenne effective P' . Afin de limiter les effets des fluctuations de la mesure du différentiel de pression liés à la précision du capteur, la réponse de celui-ci est moyennée sur une durée de 3 minutes en chaque point.

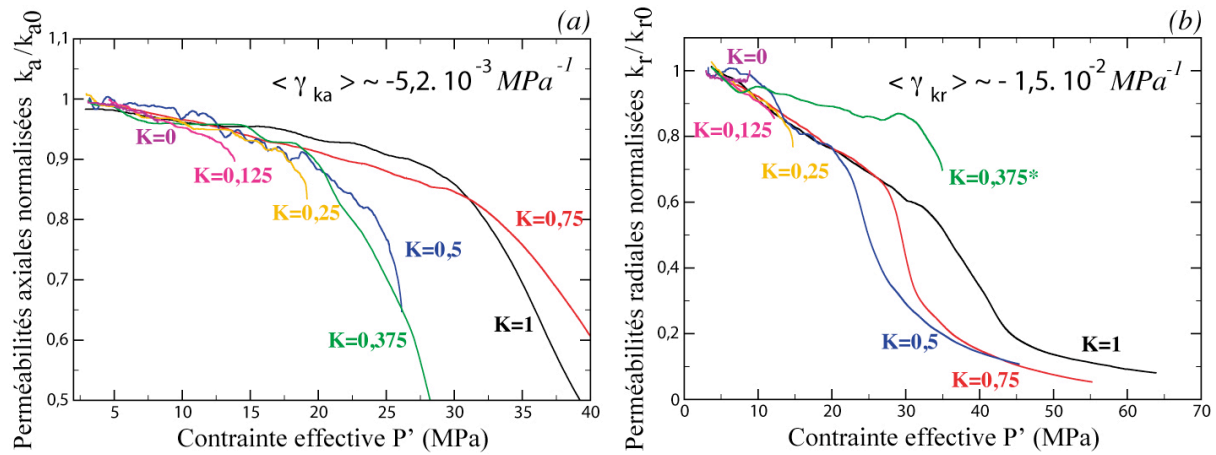


Figure 4.24 : Evolution des perméabilités axiales (a) et radiales normalisées (b) en fonction de la pression effective pour les 7 chemins de chargement investigués. *La perméabilité radiale mesurée à $K=0,375$ est entachée d'une forte erreur liée à un défaut de réponse du capteur de pression différentielle en début d'expérience.

Dans le domaine de déformation élastique, on observe une faible diminution linéaire des perméabilités axiales et radiales avec l'augmentation de la pression. Le taux de réduction de la perméabilité est alors relativement indépendant du chemin suivi. Cette diminution est toutefois 3 fois plus importante dans la direction transverse à la contrainte maximale, soit $\langle \gamma_{ka} \rangle \sim 0,5\% \cdot MPa^{-1}$ et $\langle \gamma_{kr} \rangle \sim 1,5\% \cdot MPa^{-1}$. Cette observation est également valable dans le cas des chargements hydrostatiques. Lors de l'essai préliminaire, d'une part la divergence des évolutions dans les deux directions de mesure était moins marquée, et d'autre part le taux de diminution présentait une valeur intermédiaire, de l'ordre de $\langle \gamma_{ka, kr} \rangle \sim 1\% \cdot MPa^{-1}$. Pour ce type de chargement, on s'attend pourtant à une évolution isotrope de la perméabilité indépendamment de la direction de mesure. Comme le suggère la mesure des anisotropies de vitesse, le carbonate d'Estailades présente une légère anisotropie microstructurale liée à l'orientation des clastes. Il est délicat de relier directement cette orientation préférentielle des agrégats à une éventuelle anisotropie de perméabilité. Celle-ci n'est en effet pas quantifiable à l'état initial, en raison des effets d'hétérogénéité que nous avons discuté, dans la section 4.2. Cette orientation préférentielle des clastes peut être à l'origine de cette plus forte diminution de la perméabilité radiale pendant la compaction élastique. Elle s'exprimerait alors par une légère augmentation de la tortuosité du réseau couplée à une compaction élastique de seuils elliptiques plus importante dans cette direction.

Une fois le seuil d'inélasticité atteint, la réduction de perméabilité n'évolue plus linéairement et tend à diverger fortement à l'approche du seuil de rupture. Hormis lorsqu'il s'exprime par l'ouverture d'une fracture, l'endommagement induit toujours une diminution de la perméabilité de l'échantillon.

Dans le cas des perméabilités radiales, mesurées au-delà de la pression critique d'effondrement des pores, c'est-à-dire à $K \geq 0,5$, la transition du régime de déformation élastique au régime de déformation plastique est clairement marquée. A mesure que l'échantillon se raidit à haute pression

effective, la perméabilité se stabilise et tend à suivre une nouvelle évolution linéaire. Cette évolution contraste néanmoins fortement avec le profil d'évolution de la porosité dans ce régime plastique.

Nous proposons à travers la figure 4.25. de présenter les mêmes évolutions de perméabilité en fonction de la contrainte déviatorique q . Ce type de représentation permet de mettre en évidence le rôle des mécanismes de cisaillement.

La résistance du matériau à la contrainte déviatorique est maximum pour les chemins de chargement induisant une rupture fragile et de la compaction en cisaillement. En conséquence, la linéarité de la réponse des perméabilités est conservée jusqu'à des contraintes déviatoriques de $q \sim 15 \text{ MPa}$ à 25 MPa . La fluctuation de ces valeurs dépend en premier lieu des fluctuations de porosité entre deux échantillons et du chemin de chargement suivi. A faible K , la composante déviatorique des contraintes à l'origine de la fracturation induit donc une augmentation ou une diminution de la perméabilité, selon la conservation ou non de l'ouverture de la fracture. En régime dilatant, on voit ici nettement la différence de comportement entre les perméabilités axiale et radiale. Comme nous l'avons discuté dans la section précédente, à $K=0$, la perméabilité radiale tend à légèrement augmenter avec l'augmentation du déviateur. Pour les chemins de chargement à plus grand K , la compaction plastique se développe alors à plus faible déviateur.

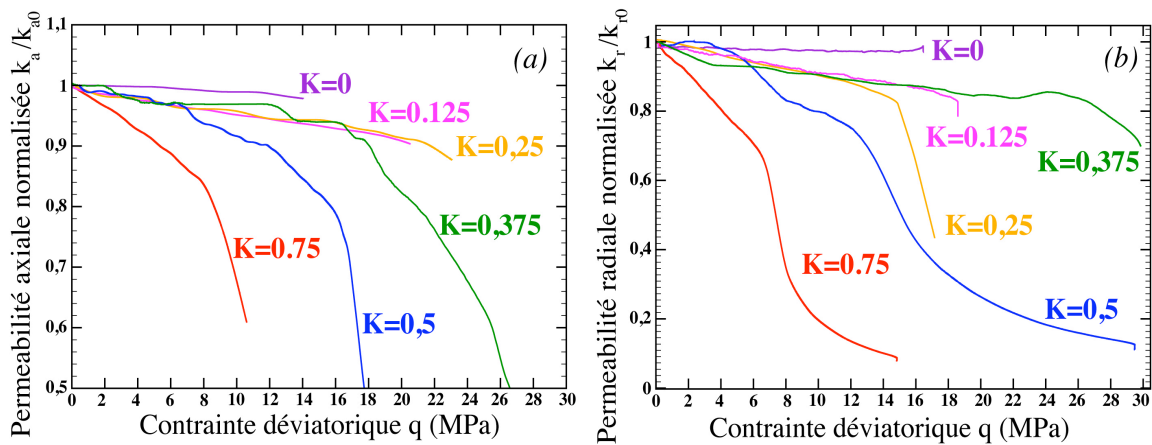


Figure 4.25 : Evolution des perméabilités axiales et radiales normalisées en fonction de la contrainte déviatorique pour les 7 chemins de chargement investigués. *La perméabilité radiale mesurée à $K=0,375$ est entachée d'une forte erreur liée à un défaut de réponse du capteur de pression différentielle en début d'expérience.

4.7.3. Modélisation par l'approche de Kozeny-Carman

Nous confrontons les mesures de perméabilités directionnelles et de déformations volumiques au modèle classique de Kozeny-Carman présenté précédemment dans le premier chapitre sous l'expression suivante :

$$k = \frac{1}{C_K S_s^2} \frac{\varphi^3}{(1 - \varphi)^2} \quad (4.5)$$

La constante de Kozeny-Carman C_K , qui est fonction de la géométrie du réseau poreux et de sa tortuosité, est généralement considérée pour de nombreux milieux poreux comme une constante approximativement égale à 5 (Carman, 1956). La surface spécifique des pores S_s , non mesurée, est donc estimée via la relation 4.5 à partir de la perméabilité initiale de chaque échantillon et pour ces quatorze expériences de mesure des perméabilités axiale et radiale elle varie entre 0,25 et 0,3. Ne pouvant pas mesurer simultanément les évolutions de porosité et de perméabilité au cours d'un chargement continu, la variation de porosité est approximée à partir de la déformation volumique. Suivant la méthodologie décrite par Schutjens et al. (2004), pour un état de contrainte donné, la variation de porosité peut être approchée par :

$$\Delta\varphi = \varphi - \varphi_0 = \frac{\varepsilon_v(\varphi_0 - 1)}{1 - \varepsilon_v}, \quad (4.6)$$

avec φ_0 la porosité initiale et ε_v la déformation volumique de l'échantillon.

Les évolutions de perméabilités calculées à partir de l'expression 4.5. sont comparées à nos résultats expérimentaux sur la figure 4.26. Pour les perméabilités axiales, le modèle de Kozeny-Carman rend correctement compte des évolutions de perméabilité dans le domaine élastique, et ce indépendamment du chemin de chargement considéré. En revanche, pour les perméabilités radiales, il ne permet pas de rendre compte de la plus forte diminution mise en évidence dans le régime de déformation élastique, les évolutions de déformations volumiques étant similaires.

A la rupture, la chute de perméabilité associée à la forte réduction de la porosité est généralement bien captée, mais son ampleur reste néanmoins sous-estimée. Comme les perméabilités estimées par Kozeny-Carman sont normalisées par les perméabilités initiales, les évolutions présentées ne sont liées qu'au terme $\varphi^3/(1-\varphi)^2$. Ainsi, lors de l'effondrement de la porosité, les différences observées avec les données expérimentales pourraient être due à la considération d'une surface spécifique et d'une tortuosité de réseau constantes. Nous n'avons en effet pas considéré les augmentations concomitantes de la surface spécifique et de la tortuosité pouvant résulter de la déformation et de l'endommagement par microfissuration intragranulaire, comme cela est mis en évidence sur les observations post-mortem.

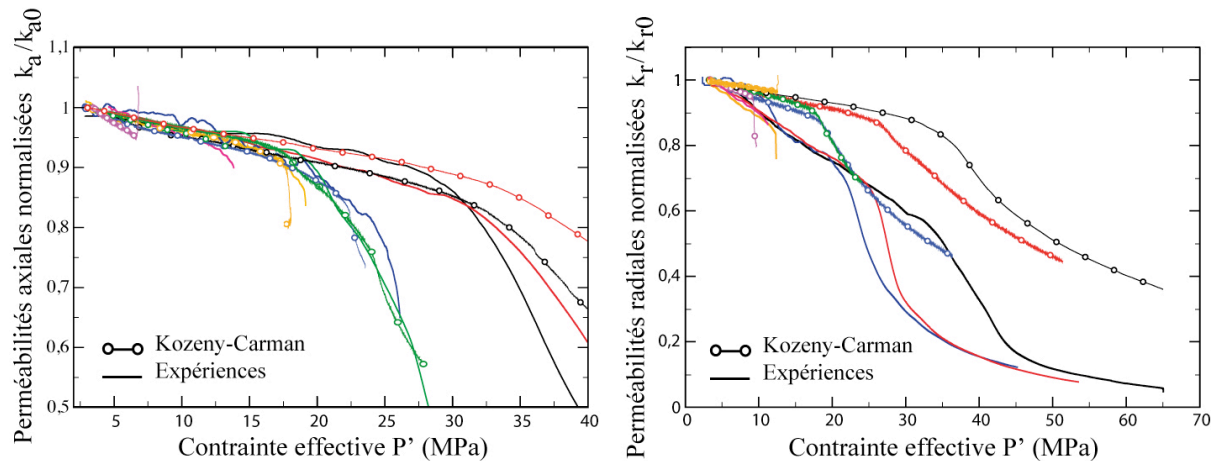


Figure 4.26 : Comparaison des prédictions des évolutions de perméabilités par le modèle de Kozeny-Carman aux données expérimentales acquises dans les directions axiale (a) et radiale (b). Les couleurs associées aux différents chemins de chargement sont les mêmes que pour les figures précédentes ($K=1$, noir ; $K=0,75$, rouge ; $K=0,5$, bleu ; $K=0,375$, vert ; $K=0,25$, jaune ; $K=0,125$, rose ; $K=0$, violet)

4.8. Analyse microstructurale des échantillons déformés

4.8.1. Impact du chemin de chargement sur la distribution des tailles de seuils

Comme nous l'avons discuté à travers la figure 4.10., les mécanismes d'effondrement de la porosité affectent en priorité les seuils du réseau macroporeux. Dans le cas d'un essai hydrostatique, ces seuils, qui présentent initialement une distribution resserrée autour de $10\mu m$, subissent une fermeture d'environ $6\mu m$ (voir essai préliminaire section 4.3.1). La figure 4.27 présente les résultats de l'étude systématique par porosimétrie mercure de l'effet de l'endommagement sur la taille des seuils de la macroporosité et de la microporosité. En raison de la faible cohésion des échantillons déformés dans le régime fragile, il est impossible de venir échantillonner au voisinage direct de la fracture. Par conséquent, il est délicat de relier directement l'impact de la fracturation sur la distribution des tailles de seuils.

La figure 4.27. présente, donc, une synthèse de l'étude en porosimétrie mercure réalisée sur les échantillons après essais. Les distributions des seuils font apparaître clairement trois types d'évolution:

- Comme le laissait présager l'échantillonnage hors de la zone de fracturation, aucune évolution notable n'est observable pour les essais réalisés pour $K=0$ et $K=0,125$.
- Comme observé lors de l'essai préliminaire, la distribution de la taille des seuils est fortement affectée par le mécanisme d'effondrement de la porosité. A $K=0,75$ et $K=1$, la macroporosité est préférentiellement affectée par cet endommagement. A la suite de l'essai préliminaire (EST_A), nous avons toutefois conclu que la microporosité n'était pas affectée par les mécanismes

d'effondrement des pores. On observe cependant une légère fermeture des seuils associés à la microporosité à $K=0,75$ et $K=1$.

- Pour les chemins de chargement intermédiaires, on observe un élargissement du pic associé à la macroporosité, accompagné d'une diminution de l'ouverture moyenne des seuils à mesure que K augmente.

Après le seuil de rupture, les mécanismes de déformations plastiques induisent une évolution linéaire de la porosité (stabilisation de la compressibilité de pore à $K=1$). La figure 4.28 illustre l'impact du durcissement sur les rayons d'accès aux pores, par l'analyse comparative en porosimétrie Mercure de deux échantillons soumis à un chemin de chargement $K=0,5$ stoppé après rupture et aux limites de chargement du dispositif. En opposition à la rupture proprement dite, qui n'affecte que la macroporosité, le durcissement induit une fermeture des seuils de l'ensemble du réseau poreux. On observe effectivement une fermeture plus importante des seuils associés à la macroporosité et un léger décalage du pic correspondant à la microporosité. Cette observation peut expliquer les évolutions de perméabilité dans le régime de déformation plastique. En effet, alors que la porosité montre une diminution quasi linéaire après le seuil de rupture, la perméabilité tend à se stabiliser sur un palier à plus forte pression effective. Sous l'effet de l'écoulement cataclastique, on observerait potentiellement une fermeture en deux temps de la porosité. Tout d'abord, les réarrangements de grains induisent une diminution importante du volume des macropores, ceci ayant un fort impact sur la perméabilité, puis dans un second temps, le matériau acquiert une nouvelle rigidité, caractérisée par une stabilisation des compressibilités (section 4.6.2), induisant une diminution de l'ensemble du volume poreux (macro et micropores).

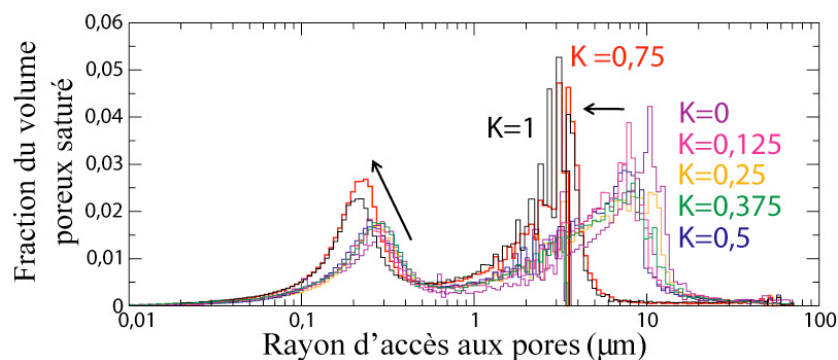


Figure 4.27 : Synthèse des évolutions de la distribution des rayons d'accès aux pores en fonction du chemin de chargement. Les résultats présentés dans ce diagramme sont obtenus à partir des mesures en porosimétrie mercure sur des échantillons pour lesquels le chargement est stoppé après le seuil d'endommagement.

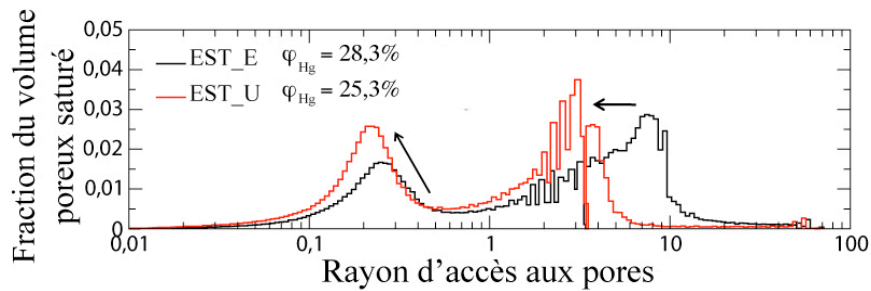


Figure 4.28 : Comparaison des évolutions de la distribution des rayons d'accès aux pores pour deux échantillons déformés sous chargement $K=0,5$ entre un essai stoppé à C^* (EST_E) et un essai conduit jusqu'aux limites en pression de la cellule (EST_U).

L'analyse directe des modifications de la distribution de la taille des seuils est essentielle à la compréhension des évolutions de perméabilité mesurables en cours d'essai. Ces observations ne peuvent en revanche rendre compte directement des modifications affectant la microstructure et ayant un impact direct sur les évolutions couplées des déformations et de la porosité. Cette analyse est donc complétée par des observations MEB des échantillons déformés.

4.8.2. Analyse microstructurale des mécanismes d'endommagement

La préparation des échantillons endommagés est très délicate en raison de la mauvaise tenue des échantillons à la découpe d'une part et au polissage d'autre part. La préparation des échantillons aurait pu être facilitée en imprégnant la porosité à la résine époxy avant usinage, ce que nous n'avons malheureusement pu faire. Néanmoins, une dizaine d'échantillons soumis à des chemins de chargement $K > 0,25$ a pu être observée, et permet de tirer suffisamment d'informations sur les micromécanismes de déformations mis en jeu lors de l'effondrement de la porosité. L'imprégnation sera toutefois nécessaire pour caractériser plus précisément la microstructure au sein des fractures macroscopiques générées en régime fragile.

La figure 4.29. permet de mettre en évidence l'impact de la rupture cataclastique sur la diminution de porosité. Il apparaît clairement que les fragments générés par la fracturation intra-agrégats viennent remplir la macroporosité. Cette fracturation est essentiellement concentrée dans les agrégats les plus denses, les agrégats microporeux ne présentent que très peu de marqueurs de l'endommagement. De plus, la porosité n'est pas affectée de manière homogène sur toute la section d'observation. L'espace poreux semble en effet plus rempli dans les zones où le contraste de densité entre les deux phases solides est le plus marqué. Cette observation semble donc en contradiction avec une fracturation préférentielle des agrégats les plus denses, l'espace poral étant moins affecté au sein des zones présentant une proportion plus importante de cette phase. Bien que l'effondrement soit rapide lors de la compression, deux types de mécanismes peuvent expliquer cette singularité. La fracturation intra-agrégat serait en premier lieu responsable de la chute de résistance du matériau, et

autoriserait alors les mouvements relatifs de blocs d'agrégats, indépendamment de leur nature, diminuant ainsi l'espace macroporeux.

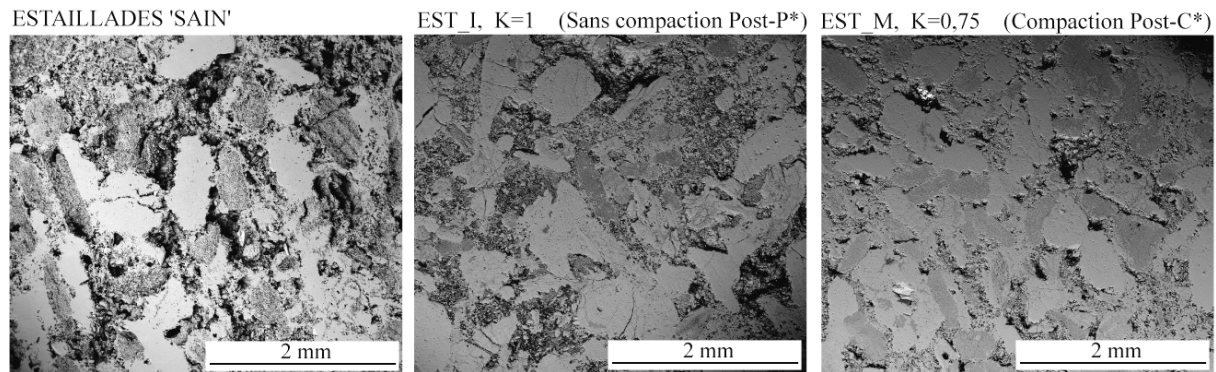
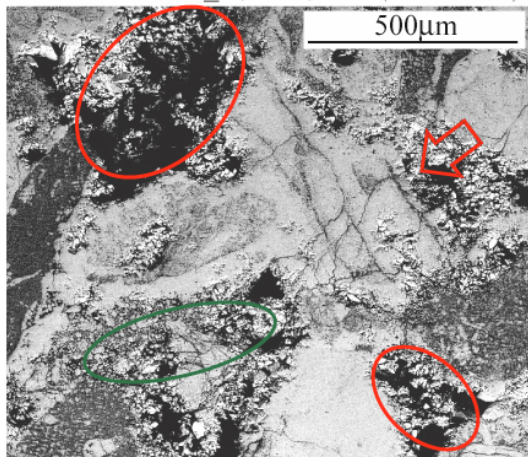


Figure 4.29 : Images MEB du carbonate d'Estailades à l'état sain et à deux états déformés. L'essai conduit sur l'échantillon EST_I a été stoppé dès la rupture de l'échantillon, alors que l'essai conduit sur 'EST_T' a été poursuivi jusqu'à la limite en pression de la cellule. Les images sont toutes acquises à la même échelle que celle de référence.

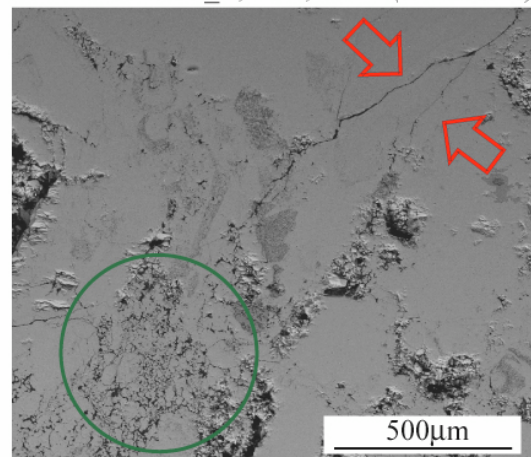
L'analyse comparative entre les deux échantillons déformés présentée sur la figure 4.29. permet de commenter l'impact de l'endommagement plastique engendré lors de la phase de durcissement. En effet, l'échantillon EST_M ($K=0,75$) montre une fermeture de la porosité plus importante. Celle-ci est liée à la densification structurale mise en place après le seuil d'effondrement de la porosité C^* . Cette structure explique donc les diminutions de taille de seuils observées en porosimétrie mercure. Si la microporosité n'est pas affectée par l'effondrement, la rigidification du matériau à plus haute pression permet une compaction homogène de la porosité résiduelle et des agrégats microporeux. A ce stade de la déformation, le matériau retrouve une certaine rigidité, expliquant d'une part la stabilisation de la valeur des compressibilités totale et de pore dans ce domaine de pression et d'autre part la réponse linéaire des évolutions de la perméabilité radiale.

La figure 4.30. présente une synthèse des types de micromécanismes d'endommagement observables au MEB. L'endommagement majeur résulte de la fracturation intra-agrégat dense. L'image acquise sur l'échantillon EST_N ($K=0,5$) met clairement en évidence une accommodation de la déformation diffuse au sein des agrégats microporeux, qui ne sont affectés que dans de très rares cas par la microfracturation, généralement localisée dans des zones de plus faibles résistance. Cet aspect sera rediscuté plus en détail dans le chapitre 6.

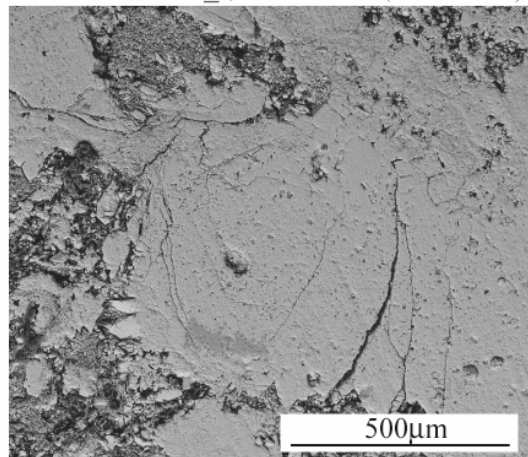
A ce stade de l'étude et à l'échelle d'observation considérée, on ne trouve pas d'évidence de plasticité cristalline au sein des agrégats. A partir de cette observation, nous pouvons donc négliger l'impact de ce type de déformation, et considérer l'agrégat comme une structure rigide se déformant élastiquement au niveau de ces contacts avant le seuil d'endommagement. Ensuite, le mécanisme majeur de l'effondrement de la porosité réside alors dans la propagation de fissures depuis les zones de contact interclastes induisant une perte de cohésion du matériau et autorisant des mouvements plus importants des agrégats dans les zones plus poreuses. (cf. EST_M sur la figure 4.29.).

Echantillon EST_N, $K=0,25$ (Mode BSE)

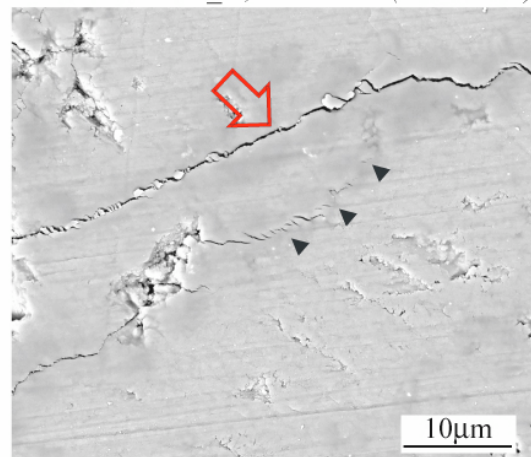
Fracturation intense des agrégats denses.
Porosité assez bien conservée entre les grains fracturés.

Echantillon EST_L, $K=0,5$ (Mode BSE)

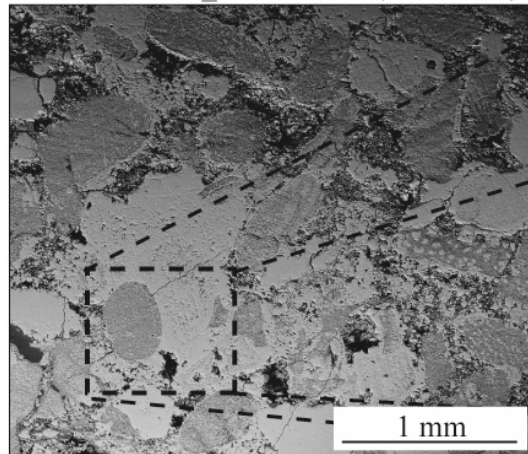
Fracturation visible dans les agrégats denses. Fragments des agrégats fracturés remplissant les macropores.

Echantillon EST_I, $K=1$ (Mode BSE)

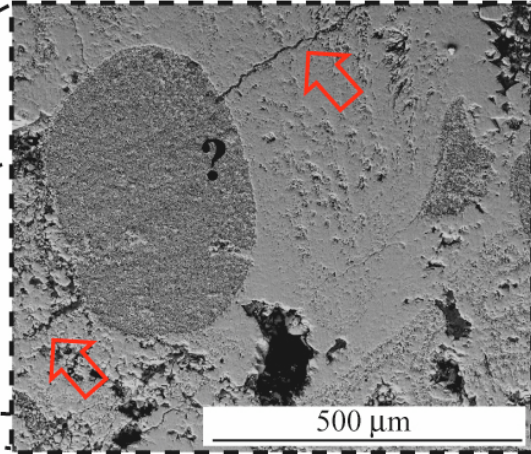
Fracturation d'agrégats denses aux contacts de clastes denses caractéristique de l'endommagement à $K > 0,25$

Echantillon EST_A, $K=1$ (Mode BSE)

Zoom sur une fracture affectant intégralement un agrégat dense et sur des microfissures n'ayant pas coalescé.

Echantillon EST_N, $K=0,5$ (Mode BSE)

Trace de fracturation dans les agrégats les plus denses.
Fermeture de la porosité au voisinage de ces agrégats fracturés.



Zoom sur une fracture se propageant à travers un agrégat microporeux sans en modifier la structure

Figure 4.30 : Sélection de microstructure caractéristique des mécanismes d'endommagement à l'échelle du pore observables pour différents chemins de chargement. Les flèches rouges soulignent les marqueurs de la microfracturation intra-agrégats

4.9. Modélisation de la rupture

En règle générale, l'implémentation du comportement élastoplastique dans les simulateurs couplés de réservoir repose sur le 'critical state model' (Crawford et Yale, 2002). Selon les auteurs, ce type de modélisation (Muir Wood, 1994) présente l'avantage majeur de permettre la définition des propriétés élastoplastiques de la roche indépendamment du chemin de chargement mis en place au sein du réservoir. Dans le diagramme P^3 - q , l'enveloppe de rupture définit la frontière entre le régime de déformation purement élastique et le régime d'endommagement irréversible du matériau. Cette enveloppe est parfois décrite par une surface elliptique excentrique et une droite définissant le seuil de rupture, généralement modélisée par le critère de Drucker-Prager (Drucker et Prager, 1952). La droite modélisant l'initiation de la réponse inélastique du matériau à faible contrainte effective divise l'espace des contraintes entre un régime de déformation dilatant et compactant. Crawford et Yale (2002) préconisent la conduction d'essais en chargement uniaxial non drainés, pour définir plus efficacement la pente de cette droite. Les résultats de cet essai ne peuvent toutefois pas être reportés dans ce diagramme, car dans sa configuration actuelle, le dispositif ne permet pas l'enregistrement des évolutions de la pression de pore. Pour des chargements allant au-delà de l'enveloppe elliptique initiale, il faut définir une loi d'écrouissage pour décrire l'évolution de l'enveloppe avec la déformation.

4.9.1. Seuils de rupture

La figure 4.31. présente les méthodes de détermination des pressions seuils d'inélasticité P_{in} et de rupture C^* . Le seuil d'inélasticité est déterminé directement à partir de la déviation d'une réponse purement élastique de la déformation axiale. La contrainte de rupture C^* est définie comme le point d'intersection des tangentes aux réponses élastique et plastique pour des chemins de chargement $K \geq 0,25$, lorsque le régime de déformation plastique est bien identifié et montre une réponse linéaire (figure 4.31b). Sinon C^* est défini directement comme le seuil de rupture pour les chemins de chargement à plus petit K entraînant une rupture fragile de l'échantillon (figure 4.31.a)

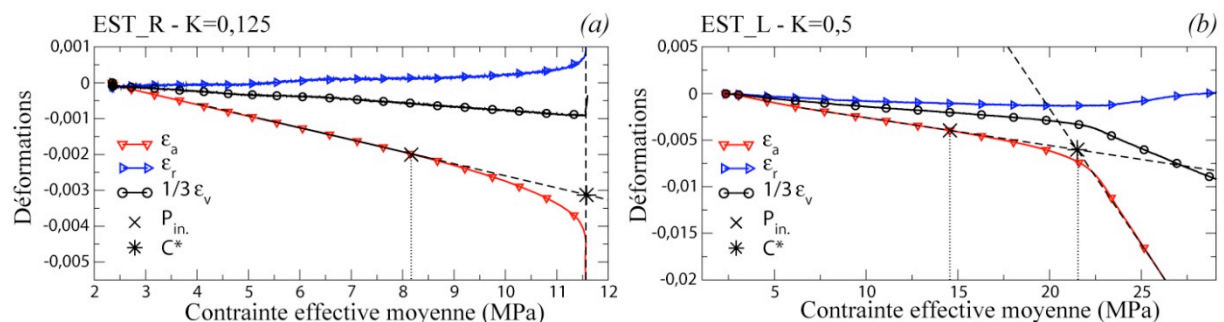


Figure 4. 31 : Critère de détermination des pressions seuils P_{in} et C^* à partir de la déformation axiale, pour deux échantillons endommagés en régime fragile (a) et en régime compactant cisailant (b).

4.9.2. Application et limites du modèle elliptique pour le carbonate d'Estailades

Une interprétation du 'critical state model' pour le carbonate d'Estailades est proposé dans la figure 4.32. Les études expérimentales menées sur des craies (Rhett et Teufel, 1992a, Longuemare et al. 1996) s'accordent sur une forme circulaire de l'enveloppe de rupture, ou dans le cas de roches siliciclastiques sur une forme elliptique (Wong et al, 1997, repris par Baud et al. 2000) s'exprimant sous la forme :

$$\frac{(C^* - \omega)^2}{A^2} + \frac{q^*}{B^2} = 1, \quad (4.7)$$

avec A et B les demi-axes de l'ellipse de centre $(\omega, 0)$.

A ce stade de la discussion, on suppose que les lieux des pressions d'initiation de la réponse inélastique et de rupture peuvent chacun d'entre eux être décrit par une ellipse. La compilation de nos données expérimentales présentées dans la figure 4.32. permet de définir comme paramètres de l'ellipse:

- pour le seuil d'inélasticité, $A_{in.} = 16,5$, $B_{in.} = 13,4$ et $\omega_{in.} = 12$
- pour la surface de rupture, $A_{C^*} = 27,9$, $B_{C^*} = 20,9$ et $\omega_{C^*} = 12$

Dans l'acte de participation au symposium de la Society of Core Analyst 2008, intitulé 'Laboratory determination of stress-path of directional permeabilities of Estailades limestone', présenté en Annexe 2 (Dautriat et al. 2008), nous avons conclu à la pertinence de la modélisation de l'enveloppe de rupture des données brutes par une surface elliptique. Néanmoins, au moment de la rédaction de cet acte, nous n'avions réalisé que la moitié de la campagne d'essai. Comme le montre la figure 4.32, les effets d'hétérogénéités sont trop importants pour permettre un calage de nos données sans normalisation préalable. En effet, pour un même chemin de chargement, les pressions C^* peuvent montrer une forte dispersion. Celle-ci est particulièrement marquée, à $K=1$, on observe un écart de 11,5MPa entre les deux valeurs extrêmes de pression à la rupture P^* . Cette valeur est par ailleurs la plus critique dans la définition du centre et de l'excentricité de l'ellipse. En règle générale, les valeurs de C^* et de q^* de l'expression (4.7) sont normalisées par cette pression P^* . Compte-tenu de la dispersion discutée sur la mesure du P^* , une telle normalisation n'a pas été adoptée.

Il est donc nécessaire de prendre en compte les effets d'hétérogénéités entre les différents échantillons pour réduire les dispersions et définir plus précisément la valeur de P^* , et par conséquent donner une meilleure description de l'enveloppe à partir de nos résultats expérimentaux.

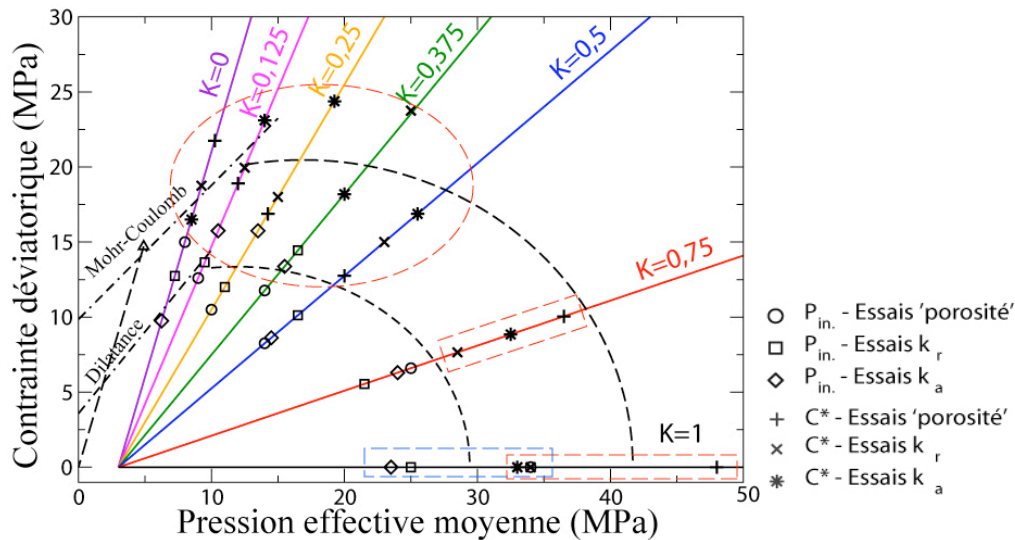


Figure 4. 32 : Enveloppes elliptiques inélastique et de rupture déterminées à partir de la compilation de toutes les expériences conduites en chargement continu. Les symboles 'vides' correspondent aux valeurs de pression d'inélasticité P_{in} , les symboles 'pleins' correspondent aux valeurs de pression critique C^* . Le point de rupture obtenu à partir de l'essai additionnel réalisé sur un banc de chargement uniaxial est également représenté afin de contraindre plus efficacement la droite de Mohr-Coulomb.

4.9.3. Normalisation des pressions critiques par la porosité

a) Modèle de milieu granulaire effectif

Zhang et al. (1990) définissent une relation liant la pression critique d'effondrement des pores aux rayons moyens des grains et à la porosité d'un grès. Dans ce modèle, le grès est représenté par un empilement de sphères de même rayon. Les auteurs définissent leur modèle sur la base de la théorie du contact de Hertz couplée à la théorie de la rupture.

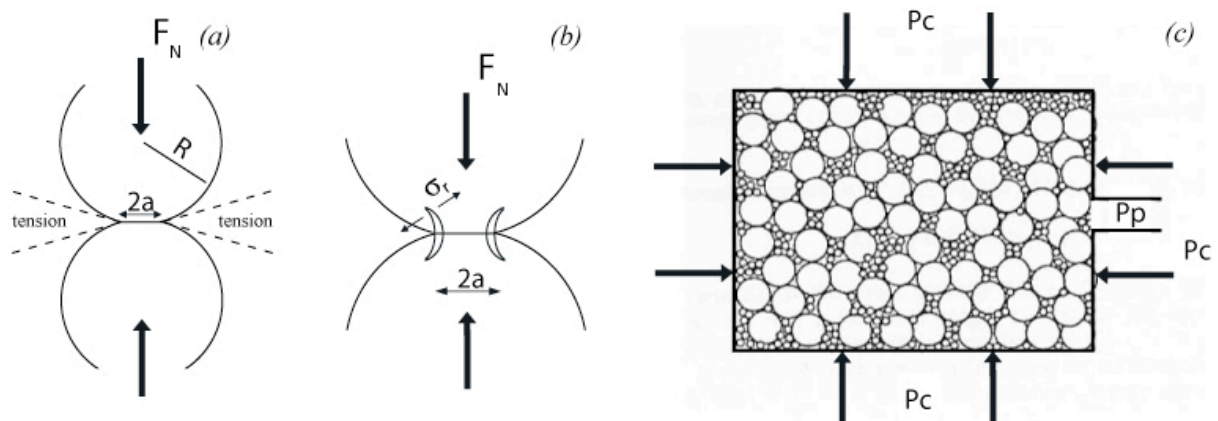


Figure 4.33 : (a) Schéma de la théorie du contact de Hertz entre deux sphères. (b) Base du modèle de Zhang et al. (1990) : considération de microfissures aux limites de la zone de contact des sphères. (c) Représentation du modèle de Brandt (1955).

Le contact hertzien entre deux sphères est un disque de rayon a . La contrainte normale appliquée sur le contact s'exprime comme :

$$\sigma_N = \frac{F_N}{\pi a^2}. \quad (4.8)$$

Le rayon du contact est fonction des modules élastiques E_s et ν_s de la sphère, de son rayon R , et de la force normale F_N appliquée :

$$a = \sqrt[3]{\frac{3(1-\nu_s)F_N R}{4E_s}}. \quad (4.9)$$

Cette expression de la force de contact est à l'origine de la non linéarité en pression des modules élastiques dérivés des modèles effectifs de milieu granulaire.

Hertz montre que la contrainte maximale en tension est située à la périphérie du contact et peut s'exprimer par:

$$\sigma_t = \frac{1}{2}(1-2\nu_s)\sigma_N. \quad (4.10)$$

Soit d'après (4.8.) :

$$\sigma_t = \frac{(1-2\nu_s)}{2\pi a^2} F_N. \quad (4.11)$$

Zhang et al. (1990) supposent alors l'existence de microfissures de longueur c très petites devant le rayon R du grain, se situant à la périphérie de la zone de contact (voir figure 4.33.). La force critique F_c correspondant à la propagation d'une microfissure à travers le grain s'exprime en fonction du facteur d'amplification de contrainte critique K_{Ic} .

$$F_c = 17,84 \left(\frac{(1-\nu_s^2)}{E_s} \right)^2 \left(\frac{K_{Ic}}{(1-2\nu)\sqrt{c}} \right)^3 R^2 \quad (4.12)$$

La force de contact F est reliée à la pression effective P' par l'intermédiaire du modèle de Brandt (Brandt, 1955). Ce modèle repose sur la considération d'un assemblage de sphères de même propriétés élastiques. Contrairement au modèle de Digby ou de Walton (d'après Mavko et al., 1998) qui considère un assemblage de sphères de taille homogène réparties de manière isotrope dans la roche, Brandt propose une répartition plus complexe des sphères au sein de la matrice. La figure

4.33.c illustre la distribution de ces sphères : dans un premier temps l'espace est rempli par des sphères de grandes tailles, puis l'espace vide est ensuite rempli successivement par des sphères de taille de plus en plus petite.

Brandt donne l'expression de la force de contact en fonction de la porosité φ , du rayon des grains et de la pression effective P^* :

$$F_c = 8,1\varphi^{3/2}R^2P^* . \quad (4.13)$$

A partir de cette expression et en considérant $c \ll R$, Zhang et al. (1990) estiment la pression critique d'effondrement des pores, associée à la propagation de la microfissure par :

$$P^* = \underline{C}(\varphi R)^{-3/2} \quad \text{avec} \quad \underline{C} = 2,2 \frac{(1 - \nu_s^2)^2}{(1 - 2\nu_s)^3} K_{1c} \left(\frac{c}{R} \right)^{-3/2} . \quad (4.14)$$

(le rapport c/R est considéré comme constant dans le modèle)

La distribution de grains proposée par Brandt est assez représentative de l'arrangement des micro-grains de calcite au sein du carbonate d'Estailades. Les clastes denses tendent à se comporter comme des grains compacts et sont affectées par la microfracturation. Tandis que les clastes microporeux moins consolidés, ne localisent pas la déformation lors de l'effondrement de la porosité. La description du carbonate d'Estailades en termes de milieu à structure granulaire semble donc pertinente au regard de la distribution de l'endommagement par l'analyse post-mortem.

b) Application du modèle aux données

La dispersion des valeurs de pression est reportée sur la figure 4.34. en fonction du chemin de chargement suivi. On note clairement que les hétérogénéités de porosité sont en premier lieu responsables de cette dispersion. Comme le confirme la prédiction du modèle de Zhang et al. (1990), la pression critique P^* , définie pour un chargement hydrostatique, est d'autant plus forte que la porosité est faible. Cette observation reste également valable pour les autres chemins de chargement. A $K=0,375$, la valeur de porosité des échantillons est également très dispersée. Dans l'espace des contraintes, cette dispersion induit une variabilité modérée de la pression C^* , mais aura alors un impact beaucoup plus important sur la valeur du déviateur q^* .

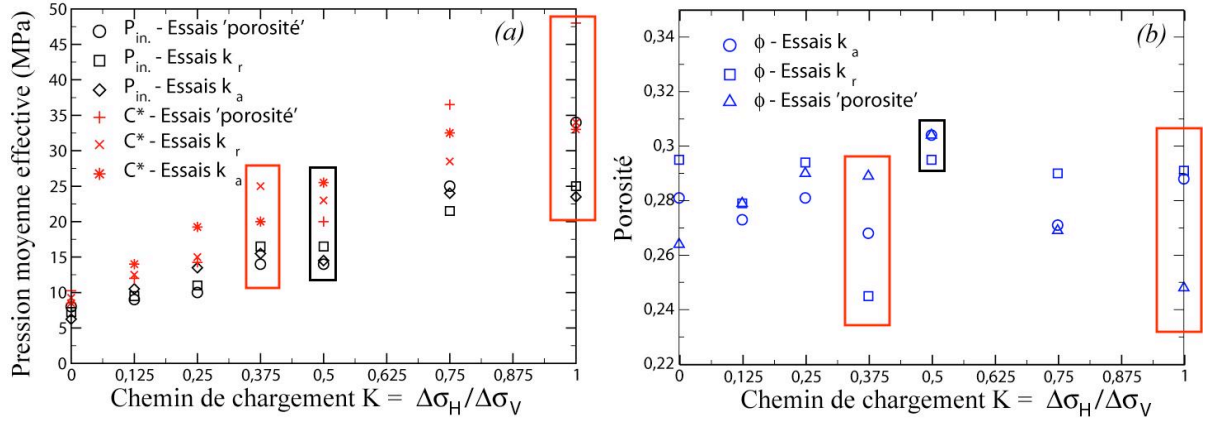


Figure 4.34 : Dispersion des valeurs des pressions seuils P_{in} et C^* (a), comparée à la dispersion de la porosité initiale (b) en fonction du chemin de chargement. Les domaines en rouge mettent en évidence les essais réalisés sur des échantillons présentant une forte dispersion des porosités initiale, et l'impact sur la dispersion des pressions seuils. A $K=0,5$ (domaine noir), les échantillons présentent une plus forte porosité, moins dispersée.

Par ailleurs, il semble se dégager une dépendance linéaire entre la valeur de pression critique C^* et le chemin de chargement. Les échantillons soumis à un chargement $K=0,5$ sont également ceux qui présentent la plus forte porosité. En conséquence, les valeurs de pression critique C^* semblent diverger de la tendance générale. Cette observation permet de soutenir le choix d'une normalisation des pressions critiques par la porosité des échantillons.

L'expression (4.14) montre une dépendance de la pression seuil à la porosité initiale mais également au rayon moyen des agrégats denses. Comme le montrent les images MEB, la forme et la taille de ces clastes peuvent être assez variables, et les frontières des grains sont souvent assez mal définies. Le rayon moyen des agrégats est donc difficile à quantifier à partir de cette analyse.

L'hypothèse sera faite que le nombre d'agrégats à l'échelle macroscopique est suffisamment important pour considérer une distribution homogène de leur taille d'un échantillon à l'autre, et donc, d'un essai à l'autre P^* sera considéré comme indépendant de R . L'expression (4.14) peut donc être simplifiée comme :

$$P^* \propto \varphi^{-3/2}. \quad (4.15)$$

La valeur de porosité pour chaque échantillon est normalisée par la valeur moyenne des porosités de tous les échantillons, c'est-à-dire $\langle \phi \rangle = 28,18\%$. La figure 4.35. présente les valeurs des pressions seuils P_{in} et C^* recalculée selon l'expression :

$$C^* \rightarrow \frac{C^*}{\left(\frac{\varphi}{\langle \varphi \rangle}\right)^{-3/2}}. \quad (4.16)$$

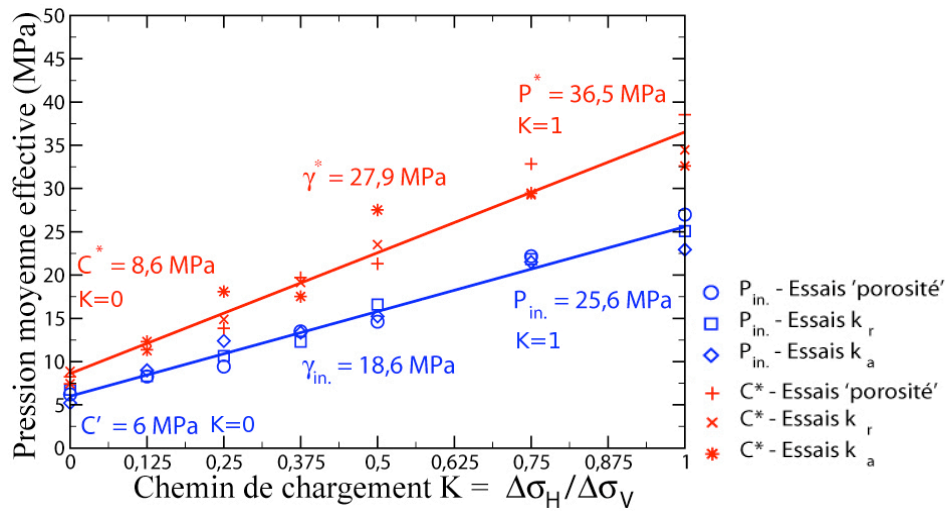


Figure 4.35 : Résultat de la normalisation des pressions critiques C^* et $P_{in.}$, par l'expression de la porosité définie par Zhang et al., en fonction du chemin de chargement. Le recalage des données permet de faire apparaître une dépendance linéaire de ces pressions au chemin de chargement dont les pentes sont respectivement $\gamma_{in.}=18,6\text{MPa}$ et $\gamma^*=27,9\text{MPa}$.

L'hypothèse d'un contrôle des fluctuations des valeurs de pression critique par l'hétérogénéité de porosité est bien vérifiée ; la dispersion de celles-ci est en effet fortement réduite par la normalisation.

De plus, on constate désormais que les pressions seuils normalisées montrent une dépendance linéaire au chemin de chargement. La pente de cette droite n'est autre que la différence entre la valeur des P^* (définie dans le cas hydrostatique) et celle des C^* (dans le cas d'un chargement à $K=0$). La pression critique C^* pour un chemin de chargement K quelconque peut donc être déduite uniquement de ces deux valeurs selon l'expression:

$$C^* = (P^* - C_{K=0}^*)K + C_{K=0}^*. \quad (4.17)$$

Il est important de constater que cette dépendance n'est pas fonction du type de mécanismes mis en jeu lors de la rupture de l'échantillon et qu'elle est également valable avec les paramètres correspondant au seuil d'inélasticité.

c) Application du modèle aux données recalculées

La figure 4.36. présente une nouvelle interprétation de l'enveloppe de rupture recalculée à partir des valeurs normalisées de pressions critiques. La normalisation réduit fortement la dispersion des données. Celle-ci reste toutefois assez élevée pour les chemins à $K=0,25$, et à $K=0,5$. Dans le premier cas celle-ci peut s'expliquer par la rupture fragile du premier échantillon testé (EST_F). Dans le second cas, l'interprétation est plus délicate car les échantillons ne présentent pas une grande variabilité de porosité initiale. Les nouveaux paramètres des ellipses sont $A_{C^*} = 23,1$, $B_{C^*} = 20,6$ et $\omega_{C^*} = 11,9$ et $A_{in.} = 12,8$, $B_{in.} = 13,1$ et $\omega_{in.} = 11,9$.

Wong et al. (1997) montraient une variation d'environ 20% de la valeur du demi-axe B , A et ω étant approximativement égaux à $\langle P^* \rangle / 2$. Après normalisation par la porosité, l'incertitude sur la valeur des paramètres A et ω reste supérieure à 15%, soit une incertitude sur B de l'ordre de 25%.

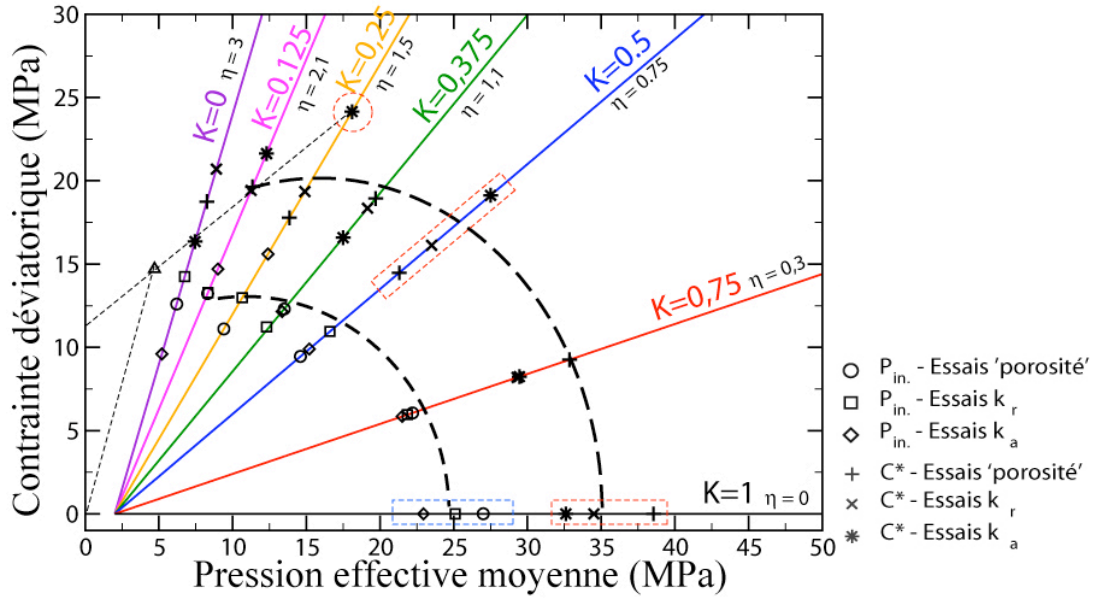


Figure 4.36 : Enveloppes elliptiques inélastique et de rupture obtenues à partir des données de pression critique normalisées par la porosité, selon l'expression 4.16. Les symboles 'vides' correspondent aux valeurs de pression d'inélasticité P_{in} , les symboles 'pleins' correspondent aux valeurs de pression critique C^* . Le point de rupture obtenu à partir de l'essai additionnel réalisé sur un banc de chargement uniaxial est également représenté afin de contraindre plus efficacement le droite de Mohr-Coulomb.

d) Modèle d'enveloppe de rupture paramétré par le chemin de chargement K

L'expression (4.17) a permis la mise en évidence d'une relation simple entre la pression critique C^* et le chemin de chargement. En conséquence, la transposition de cette relation dans l'espace des contraintes doit permettre la définition d'un modèle de rupture dépendant uniquement du chemin de chargement. Nous ne dérivons dans cette partie que l'expression de l'enveloppe de rupture, mais les équations (4.15) à (4.17) sont naturellement valables pour l'enveloppe du seuil d'inélasticité.

D'après Crawford et Yale (2002), pour un chemin de chargement et une contrainte verticale σ_v donnée, la contrainte horizontale σ_h s'exprime :

$$\sigma_h = K(\sigma_v - P_0) + P_0, \quad (4.18)$$

avec P_0 , la pression hydrostatique initiale.

Yale et Crawford (1998) montrent également que la contrainte déviatorique $q = \sigma_h - \sigma_v$ et la pression moyenne $P = 1/3(\sigma_h + 2\sigma_v)$ sont liées au chemin de chargement par le paramètre η , qui correspond à la pente de la droite représentant le chemin de chargement dans l'espace des contraintes :

$$q = \eta(P - P_0) \quad \text{avec} \quad \eta = \frac{3(1-K)}{(1+2K)}. \quad (4.19) \text{ et } (4.20)$$

Indépendamment du régime d'endommagement, cette expression permet de définir la relation entre la valeur de contrainte moyenne critique C^* et celle du déviateur q^* :

$$q^* = \frac{3(1-K)}{(1+2K)}(C^* - P_0). \quad (4.21)$$

Il est alors possible d'introduire la loi de dépendance au chemin de chargement déterminée expérimentalement :

$$K = \left(\frac{C^* - C_{K=0}^*}{P^* - C_{K=0}^*} \right). \quad (4.22)$$

Il en résulte donc une nouvelle expression de l'enveloppe de rupture :

$$q^* = 3(C^* - P_0) \frac{(P^* - C^*)}{(P^* - 3C_{K=0}^* + 2C^*)}. \quad (4.23)$$

La figure 4.37. représente la projection de la nouvelle enveloppe de rupture définie par l'équation (4.23) dans l'espace des contraintes.

Pour des pressions effectives supérieures à 20MPa, cette représentation permet de mettre en évidence l'influence de la composante hydrostatique du tenseur des contraintes sur les mécanismes d'endommagement. En effet, dans le domaine de pression compris entre 20MPa et P^* , l'enveloppe montre une évolution plutôt linéaire pour laquelle $q^* \sim C^*$. Cette observation est cohérente avec les interprétations des mesures de déformations montrant un comportement purement compactant à la rupture, pour des chemins de chargement $K > 0,5$. Pour des pressions plus faibles, la contribution de la composante déviatorique est plus importante, en accord avec l'activation des mécanismes de compaction en cisaillement et de la rupture fragile des échantillons. Outre une visualisation directe des composantes du tenseur de contraintes jouant un rôle majeur dans les processus de déformation irréversible, une telle modélisation présente plusieurs avantages :

- A la différence de l'expression elliptique de l'enveloppe (4.7), aucune variable d'ajustement n'est nécessaire pour caler celle-ci aux pressions de ruptures.
- Seuls deux types d'essais, l'un à pression de confinement constante ($K=0$) et l'autre en condition hydrostatique ($K=1$), semblent nécessaires pour décrire l'intégralité de l'enveloppe. Il est évident que la réalisation de plusieurs essais à ces chemins de chargement reste indispensable à la quantification de l'impact des hétérogénéités structurales (autre que la porosité) sur C^* et P^* .

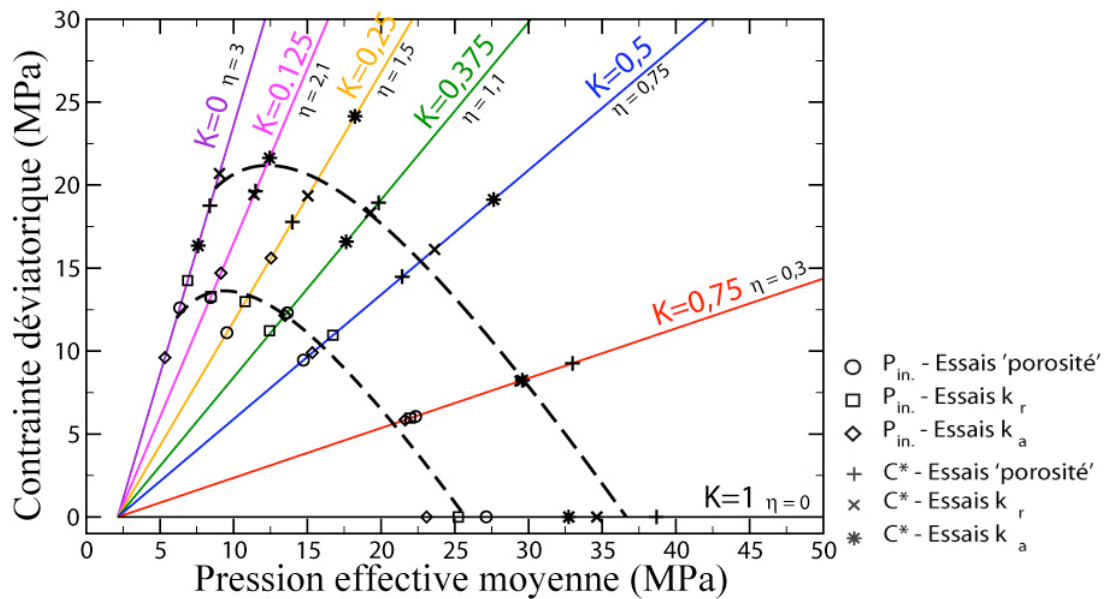


Figure 4.37 : Représentation des enveloppes inélastique et de rupture définies par l'expression (4.23) pour l'ensemble des données obtenues en chargement continu et normalisées par la porosité. Les symboles 'vides' correspondent aux valeurs de pression d'inélasticité P_{in} , les symboles 'pleins' correspondent aux valeurs de pression critique C^* .

Cette définition de l'enveloppe de rupture semble bien adaptée à l'interprétation des données acquises pour des essais à chemin de chargement constant. Néanmoins, il est impossible d'en vérifier l'applicabilité pour des chemins de chargement triaxiaux classiques. Comme nous l'avons discuté en introduction de ce chapitre, la plupart des résultats expérimentaux disponibles dans la littérature sont obtenus pour des essais réalisés à $K=0$. La détermination de l'enveloppe de rupture passe alors par la réalisation d'essais pour lesquels ont fait varier la pression initiale P_0 . Or, tel que nous l'avons défini, le modèle repose sur la considération d'une pression initiale constante entre les différents essais. Il faudra donc s'assurer que l'expression (4.23) reste valable pour des chargements initiés à différentes pressions initiales et, bien évidemment, pour d'autres matériaux géologiques.

e) Projection des évolutions de perméabilité dans l'espace des contraintes

Les données d'évolution des perméabilités axiales et radiales normalisées présentées dans la section 4.7. ont été projetées dans l'espace des contraintes (voir figure 4.38). Seule la mesure de perméabilité radiale à $K=0,375$, fortement erronée, n'a pas été intégrée. Les contours d'isoperméabilités sont construits en utilisant une interpolation linéaire. Afin de lisser les effets locaux de fluctuations des perméabilités (provenant du différentiel de pression) sur la surface $k(P',q)$, les données ont préalablement été moyennées sur un intervalle de 0,1MPa. Chaque contour définit une réduction de la perméabilité de 5% par rapport à la valeur initiale. Alors que les mesures de perméabilité axiale ont été stoppées juste après la rupture (hormis pour $K=1$), les mesures de perméabilité radiale ont été poursuivies bien au delà, rendant possible l'interpolation à plus haute

pression effective. Les chemins de chargement ainsi que les enveloppes de rupture ont également été reportés sur la figure 4.38.

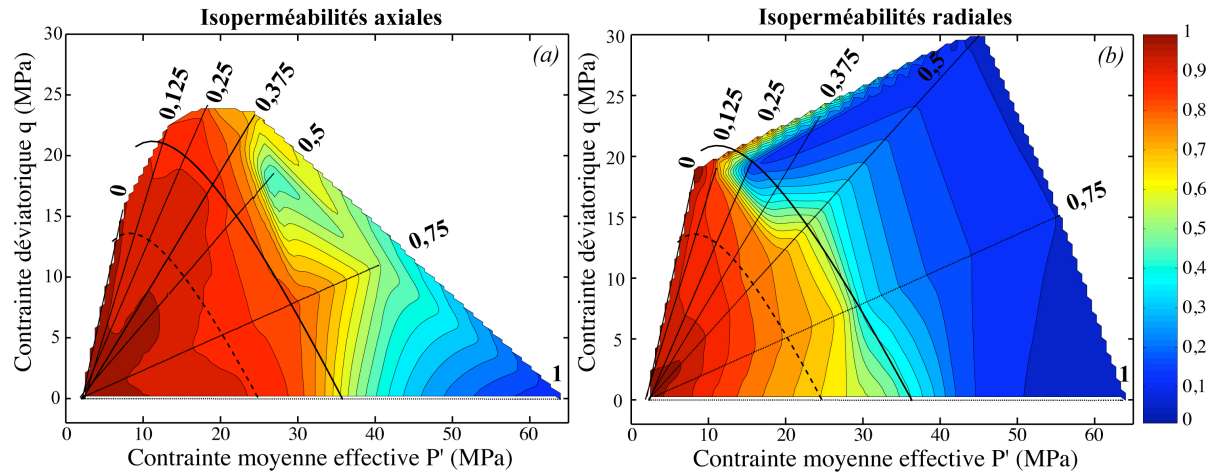


Figure 4.38 : Contours d'isoperméabilités axiale (a) et radiale (b) espacés d'une diminution de perméabilité équivalente à 5% de la valeur initiale, transposés dans l'espace des contraintes P' - q . Les différents chemins de chargement, ainsi que les enveloppes de rupture définie dans la section 4.9.3. sont également reportés.

Dans le domaine élastique, la diminution plus rapide des perméabilités radiales est clairement identifiable. Pour des chemins de chargement $K > 0,25$, les contours d'isoperméabilité tendent à se resserrer en entrant dans le domaine inélastique, pour devenir congruents au niveau de l'enveloppe de rupture. Au delà, le taux de diminution de la perméabilité radiale ralentit, en raison du durcissement des échantillons. Si l'on fait abstraction des fluctuations enregistrées entre les différents essais et largement commentées dans les sections précédentes, on distingue que, dans le domaine élastique, les lignes d'isoperméabilité sont plutôt verticales, ce qui suggère une évolution des perméabilités contrôlée essentiellement par la contrainte moyenne effective ; une fois le seuil d'inélasticité atteint, les contours tendent à dévier de la verticalité et à s'incliner au voisinage de l'enveloppe de rupture, suggérant pour des chemins de chargement compris entre $0,25 < K < 0,5$ une évolution influencée par le déviateur.

Cette représentation permet bien de rendre compte de l'impact des mécanismes mis en place lors de la rupture sur les évolutions de perméabilité. Comme nous l'avons vu, pour $K \geq 0,75$, la déformation est purement compactante tout au long du chargement, et donc préférentiellement contrôlée par la composante hydrostatique. Pour des paramètres K plus faibles, l'activation des mécanismes de compaction en cisaillement, liée à l'augmentation de la composante déviatorique, semble alors contrôler l'évolution de perméabilité à la rupture. Pour des chemins de chargement induisant la rupture fragile de l'échantillon, les évolutions de perméabilité enregistrées sont beaucoup plus faibles et ne font pas apparaître de dépendance claire avec l'une des composantes du tenseur de contraintes.

4.10. Synthèse de l'étude

➤ Impact des hétérogénéités de structure sur les propriétés physiques

Cette étude expérimentale sur le carbonate d'Estailades met en évidence la complexité d'une caractérisation précise du comportement hydromécanique tenant compte des différentes échelles d'hétérogénéités.

- La microhétérogénéité est liée à la nature des agrégats de grains de calcite, qui confèrent au matériau une porosité bimodale,
- l'hétérogénéité mésoscopique résulte de la distribution et la taille d'amas des deux types d'agrégats constitutifs de ce carbonate, ce qui induit une différence de densité locale,
- l'hétérogénéité macroscopique se caractérise par une variation de la porosité, entre 24,5 et 30,5% pour les différents échantillons observés.

Le mode d'endommagement et son influence sur les perméabilités dépend en premier lieu du chemin de chargement suivi. Notre méthodologie expérimentale a permis de d'explorer tous les régimes de déformations, et de mettre en évidence l'ensemble des mécanismes précédemment décrits pour d'autres carbonates (Baud et al., 2000 ; Crawford et Yale, 2002 ; Vajdova et al., 2004 ...). Néanmoins, dans le régime intermédiaire, les échantillons soumis à un même chemin de chargement peuvent montrer un comportement différent à la rupture. Cette singularité a été clairement mise en évidence pour le chemin de chargement $K=0,25$, pour lequel un endommagement fragile, ou compactant cisailant peut être observé. Le contrôle du mode de déformation semble essentiellement lié aux hétérogénéités de densité au sein des échantillons, donc aux hétérogénéités mésoscopiques.

Outre un impact sur le mode d'endommagement, les mésohétérogénéités ont une influence sur les propriétés mécaniques et physiques macroscopiques :

- A la différence des grès, les perméabilités axiales semblent peu ou pas affectées par des effets de bord en début de chargement. Par ailleurs, la faible anisotropie structurale ne peut expliquer la dispersion des mesures radiales par rapport aux mesures axiales (figure 4.11). On observe cependant que la taille des mésohétérogénéités est comparable à celle des diffuseurs. Ces structures peuvent donc être à l'origine d'une inhomogénéité des champs de pression locaux au voisinage des diffuseurs.
- Les fluctuations des valeurs de compressibilité ne peuvent être expliquées par la variabilité de porosité à l'échelle macroscopique, comme le prévoit la théorie des milieux effectifs (Walsh, 1965). Vajdova et al. (2004) ont proposé d'améliorer cette théorie en tenant compte du degré de connectivité de cette porosité macroscopique. Cependant, nos observations ne montrent pas de relations claires entre porosité macroscopique et compressibilité, aussi les raisons de cette variabilité doivent trouver leur origine à une échelle plus fine. Encore une fois, les variations locales de porosité pourraient partiellement expliquer ces fluctuations. Ces observations

démontrent la difficulté d'appliquer simplement les méthodes d'homogénéisation de propriétés mécaniques aux classes de géomatériaux qui présentent par essence différentes échelles d'hétérogénéités.

➤ **Evolution des perméabilités directionnelles**

La perméabilité du matériau soumis à de forts déviateurs est peu affectée par la rupture fragile. En revanche, à plus haute contrainte effective, l'activation des mécanismes de 'pore collapse' induit une réduction de plus de 90% de la perméabilité initiale, et ce, indépendamment de la direction considérée. L'analyse microstructurale des échantillons après chargement a permis de mettre en évidence l'influence des microhétérogénéités dues aux différences d'arrangements des grains de calcite au sein des deux types de clastes en présence. En effet, alors que les agrégats les plus denses montrent une intense microfracturation, la déformation des agrégats microporeux s'exprime de façon beaucoup plus diffuse. Les fortes diminutions de perméabilité, mesurées macroscopiquement, sont liées à un effondrement préférentiel de la porosité interclastes. Cet effondrement résulte du mouvement relatif des agrégats et de leurs fragments les uns par rapport aux autres, et du remplissage de la macroporosité par les fragments les plus fins (écoulement cataclastique).

Dans le régime intermédiaire de compaction cisailante, les mécanismes d'endommagement restent mal identifiés et par conséquent l'impact des évolutions de structures sur la perméabilité reste mal compris. Dans ce régime, il serait intéressant de mener des essais à taux de déformation contrôlée, avec suivi des émissions acoustiques (Stanchits et al. 2006), afin de détecter plus précisément la sortie du régime linéaire de la réponse du matériau. Cette approche permettrait un arrêt de la déformation à l'initiation de la localisation pour permettre une étude fine de l'évolution microstructurale.

➤ **Modélisation de l'enveloppe de rupture**

Sur la base des observations post-mortem, il apparaît pertinent de considérer le carbonate d'Estailades comme un assemblage granulaire biphasé, en assimilant les agrégats aux grains. A ce titre, la normalisation des pressions seuils déterminées expérimentalement peut être exprimée à partir du modèle de Zhang et al. (1990) comme fonction de la taille des agrégats et de la porosité. Avec l'hypothèse d'une taille des agrégats constante pour l'ensemble des échantillons, les pressions seuils ont été normalisées par les valeurs de porosité initiales, selon l'expression simplifiée du modèle de Zhang et al. (1990). Les pressions seuils recalculées laissent alors apparaître une dépendance linéaire à la valeur de chemin de chargement. Cette observation permet de définir un nouveau modèle de l'enveloppe de rupture paramétrée par la valeur du coefficient chemin de chargement. A la différence des modèles de 'cap' classiques, ce modèle ne dépend d'aucune variable d'ajustement. De plus, le comportement à la rupture du matériau semble pouvoir être décrit, dans l'ensemble de l'espace des

contraintes, uniquement à partir de la détermination des pressions critiques correspondant à un chemin de chargement triaxial classique (C^* à $K=0$) et hydrostatique (P^* à $K=1$). Ce modèle semble, par ailleurs, bien adapté en vue d'une modélisation de réservoir intégrant le comportement élastoplastique (Yale et Crawford, 1998). En effet, ce modèle ne dépend que des conditions de pression initiale et de la valeur des rampes de pression proportionnelles permettant de rendre compte expérimentalement des évolutions de l'état de contrainte estimé sur champs. Contrairement aux modèles classiques d'enveloppe de rupture, celui que nous proposons dans cette étude laisse apparaître une évolution linéaire à forte pression effective avec un raccordement non linéaire à plus fort déviateur. Cette dépendance linéaire avait déjà été mise en évidence par Fortin et al. (2005) ; ces auteurs montraient alors qu'un modèle d'enveloppe elliptique classique ne permettait pas de rendre compte du comportement à la rupture du grès argileux de Bleurswiller.

CHAPITRE 5

Microtomographie RX et Modélisation à l'échelle du pore

La modélisation de type réseau de pores est depuis longtemps utilisée pour la simulation des écoulements de fluides. Elle repose généralement sur une représentation stochastique du réseau poreux, qui ne permet pas de rendre compte de la structure et de l'arrangement des pores et de seuils au sein du volume. Avec le développement des techniques d'imagerie tridimensionnelle, il est désormais possible d'extraire un réseau de pores équivalent sur la base d'une géométrie plus représentative de la structure de la roche.

Ce chapitre se présente sous la forme d'un article accepté dans le Journal SPE Reservoir & Evaluation. L'objectif de ce manuscrit est de présenter une étude prospective des possibilités de couplage hydromécanique sur ce type de réseau. Pour ce faire, une loi de dépendance en pression sur la géométrie simplifiée des seuils et des pores est appliquée. Cette méthodologie a été appliquée au grès de Bentheim et au carbonate d'Estailades. Les prédictions d'évolution de la perméabilité par la modélisation sont confrontées aux résultats expérimentaux obtenus sous chargement hydrostatique.

En introduction de ce manuscrit, nous présentons rapidement la méthodologie d'extraction du réseau poreux (Youssef et al. 2007), ainsi que le modèle de dépendance en pression utilisé (Bernabé et al., 1982 ; Bernabé 1995).

SOMMAIRE

5.1. Modélisation réseau de pore	169
5.1.1. Méthodologie d'extraction du réseau équivalent à partir de l'imagerie.	169
5.1.2. Modélisation des écoulements monophasiques	170
5.1.3. Modélisation des écoulements et de la dépendance en pression.....	172
5.2. Application au grès de Bentheim et au carbonate d'Estailades	173
-PUBLICATION 2-	
Stress dependent directional permeabilities of two analog reservoir rocks :	
A Prospective Study on Apport of Micro Tomography and Pore Network Modeling	173

5.1. Modélisation réseau de pore

La modélisation répandue de réseau de pores consiste en une représentation du réseau poreux par un assemblage régulier de pores de formes élémentaires (sphères, ellipsoïdes, cube) interconnectés par des seuils, canaux cylindriques de sections élémentaires (circulaires, elliptiques, triangulaires). Un certain nombre d'études ont montré l'intérêt et la validité de ce type d'approche pour simuler des écoulements monophasiques mais également multiphasiques dans les milieux poreux. Les premiers modèles réseau proposés étaient construits à partir d'assemblages de sphères de diamètre équivalent et permettaient de prédire les perméabilités absolues et relatives de roches ainsi représentées (Bryant et Blunt, 1992 ; Bryant et al., 1993).

Avec le perfectionnement des appareils d'imagerie, tel que le Microscanner-RX, des progrès majeurs ont été réalisés permettant de visualiser les réseaux de pores d'échantillons naturels. Les réseaux reconstruits sur la base cette technique d'imagerie ont permis le développement d'outils de prédiction des écoulements multiphasiques plus performants, en utilisant des expressions semi-analytiques pour chaque pore et chaque seuil (Øren et al., 1998; Øren et Bakke 2002). Valvatne et Blunt (2004) ont ainsi prédit les perméabilités relatives pour une gamme d'échantillons gréseux et carbonatés. Notons que pour les écoulements multiphasiques, les canaux sont généralement assimilés par des cylindres de section triangulaire, ce qui permet de reproduire et prendre en compte les rétentions de liquide dans les 'coins', c'est-à-dire les zones plus angulaires (Laroche et al., 2001)

L'intérêt de ce type de modélisation est de pouvoir construire un réseau simplifié et donc de réaliser des simulations d'écoulements sur un volume suffisamment grand (plusieurs milliers de pores et de seuils) pour être représentatif des paramètres macroscopiques de l'échantillon, c'est-à-dire d'atteindre le Volume Élémentaire Représentatif (Vizika et al., 2007). Par cette approche, il semble également possible de quantifier l'impact des déformations du réseau poreux sous chargement sur les propriétés de transport.

5.1.1. Méthodologie d'extraction du réseau équivalent à partir de l'imagerie.

A l'aide d'un microscanner-RX on peut obtenir un jeu de projections bidimensionnel (ou profils d'atténuation) à différents angles d'observation d'un échantillon. Les données 2D ainsi obtenues peuvent alors être transformées en une représentation 3D de la structure de l'échantillon par des algorithmes de reconstruction. La résolution maximale de ce type d'appareil de technologie récente peut atteindre environ le micron (2 à 3 microns en 'mesure de routine'), ce qui permet de bien résoudre les échelles des tailles de pores et de seuils dans les grès (mais pas la rugosité de surface), mais ce qui ne permet pas de couvrir l'ensemble de la porosité dans le cas des carbonates où la quantité de 'microporosité' (taille $\leq \mu\text{m}$) peut-être importante. La méthodologie d'extraction d'un réseau poreux équivalent utilisée dans cette étude correspond à celle proposée par Youssef et al. 2007.

Le volume 3D en niveaux de gris (codés sur 16 bits) fait l'objet d'un seuillage simple binaire, ce qui permet de séparer les phases solide et poreuse du milieu; un seuillage par croissances de région peut être préféré pour n'obtenir que la porosité connectée; un nettoyage des voxels isolés et une procédure de lissage locale peut ensuite être opérée pour faciliter les traitements d'images consécutifs. La porosité mesurée au laboratoire (et plus spécifiquement celle obtenue par porosimétrie Mercure sur l'échantillon imagé) permet d'optimiser le protocole de seuillage. Les distances minimales aux parois solides sont ensuite calculées pour l'ensemble des voxels afin d'obtenir la 'carte des distances'. Sur cette base, un réseau de lignes médianes dans les pores peut alors être défini, afin d'obtenir le squelette du réseau poreux. Les seuils de pores sont alors identifiés sur ce squelette comme les plus petites restrictions, c'est à dire les minimaux locaux en utilisant la carte des distances. Cette identification permet ensuite de partitionner les pores entre eux par croissances de régions et de les indexer. Le volume individuel de chaque pore peut alors être calculé et sa géométrie être ramenée à une sphère de volume équivalent. Les intersections entre les pores sont ensuite maillées et leurs surfaces déterminées. On obtient ainsi, un réseau de sphères avec une distribution de rayon, reliées par des canaux caractérisés par leur surface (ou leur rayons) et leur longueur. L'extraction du squelette du réseau poreux est obtenue avec le logiciel AVISO. Un programme développé en C permet de partitionner les pores, d'identifier les seuils, et de calculer toutes les distances caractéristiques associées.

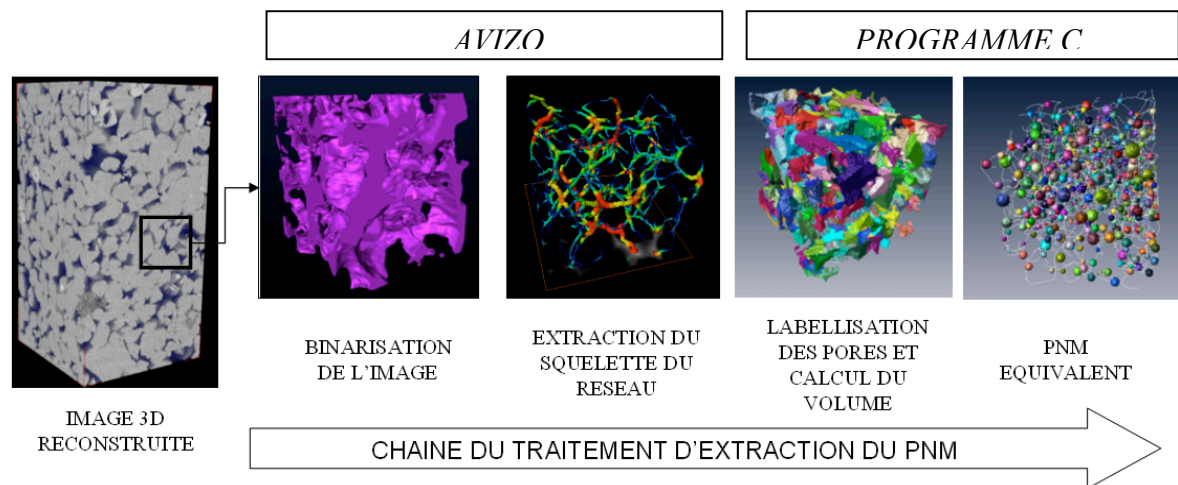


Figure 5.1 : Séquence de traitement pour extraire le réseau de pores équivalent à partir des volumes 3D reconstruits à partir de l'imagerie par microtomographie RX (d'après Youssef et al. 2007)

5.1.2. Modélisation des écoulements monophasiques

La simulation des écoulements monophasiques à travers le réseau de pores équivalent peut alors être réalisée. A ce stade de l'étude, les seuils sont assimilés à des canaux cylindriques de section circulaire dont les rayons et les longueurs sont déterminés.

Le débit q à l'intérieur d'un canal se calcule alors par la formule de Poiseuille:

$$q = \frac{\pi r^4}{8\mu} \frac{\Delta P}{L}, \quad (5.1)$$

avec r le rayon du cylindre, L la longueur du cylindre, μ la viscosité dynamique du fluide et ΔP le différentiel de pression entre les deux pores voisins.

En réécrivant cette relation sous la forme suivante:

$$q = \frac{g_h}{\mu} \Delta P, \quad (5.2)$$

on fait apparaître g_h la conductance hydraulique du canal, qui ne dépend que de sa géométrie. La valeur de la conductance hydraulique de chaque canal est donc approximée sur la base des tailles caractéristiques obtenues par la reconstruction du réseau à partir des images de microtomographie RX.

En imposant la conservation de masse sur chaque pore, à savoir que le débit entrant est égal au débit sortant, la matrice des conductances locales G^h peut être calculée ; ses éléments G^h_{ij} sont alors exprimés de la manière suivante :

$$G^h_{ij} = \left(\sum_{k=1}^i g^h_{ki} \right) \cdot \delta_{ij} - g^h_{ij}, \quad (5.3)$$

où g^h_{ij} est la valeur de la conductance entre les nœuds i et j . Les termes g^h_{ii} sont supposés négligeables par rapport aux termes g^h_{ij} , les pores étant nettement plus grands que les seuils.

A partir de cette matrice de conductances, il est possible de résoudre un système d'équations linéaires afin de déterminer les pressions locales dans chaque pore ; on définit un terme source S par les conditions aux limites imposées sur le réseau, c'est-à-dire les pressions d'entrée et de sortie $p_{\text{entrée}}$ et p_{sortie} affectées aux pores situés aux extrémités du réseau ; on impose la condition de conservation de masse pour tous les autres pores du réseau ; on obtient alors le système à résoudre suivant

$$\underline{\underline{G}}^h \cdot \underline{p} = \underline{S}. \quad (5.4)$$

La détermination des pressions locales au sein de chaque pore permet de calculer le débit local dans chaque canal. La sommation des débits à travers un plan perpendiculaire au gradient de pression macroscopique permet d'obtenir le débit total. Connaissant le différentiel de pression imposé, on détermine la perméabilité du réseau.

5.1.3. Modélisation des écoulements et de la dépendance en pression.

Dans cette partie, nous présentons une modélisation simple, sur laquelle nous avons basé notre méthodologie d'estimation de la dépendance en pression des propriétés de transport par l'approche réseau de pore. Il faut intégrer à l'échelle locale l'influence de l'application d'une contrainte macroscopique externe pour rendre compte des modifications de perméabilités observables sur échantillons sollicités mécaniquement au laboratoire. Comme nous l'avons vu précédemment, les simulations de type réseau font appel à des formes géométriques élémentaires simples (pores sphériques et canaux cylindriques). Dans le cadre de l'élasticité, de nombreux calculs ont été menés par le passé pour établir les déformations d'inclusions plongées dans une matrice élastique infinie soumise à un certain état de contrainte.

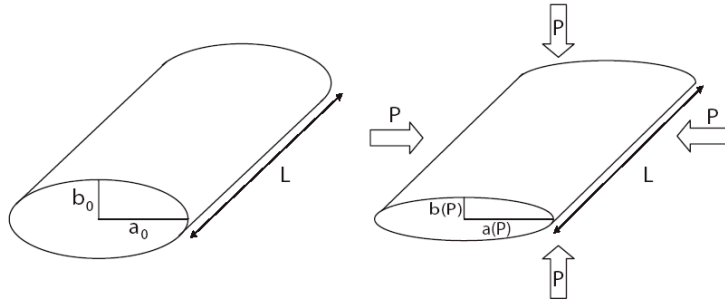


Figure 5.2 : Influence de la pression sur une inclusion cylindrique de section elliptique.

Bernabé et al. (1982) ont calculé la déformation d'une inclusion cylindrique de longueur infinie et de section elliptique (longueur du grand axe a_0 et longueur du petit axe b_0) pour une pression P par rapport à une pression de référence P_0 . En considérant l'approximation de déformation plane, les auteurs ont obtenus les relations suivantes entre la déformation des axes de la section elliptique, la pression hydrostatique P et les propriétés élastiques de la matrice environnante (Module d'Young E et Coefficient de Poisson ν) :

$$\left\{ \begin{array}{l} a(P) = \frac{a_0 + b_0}{2} \exp[-\gamma \cdot (P - P_0)] + \frac{a_0 - b_0}{2} \exp[-\gamma \cdot (P - P_0)] \\ b(P) = \frac{a_0 + b_0}{2} \exp[-\gamma \cdot (P - P_0)] - \frac{a_0 - b_0}{2} \exp[-\gamma \cdot (P - P_0)] \end{array} \right. \quad (5.5)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} a(P) = \frac{a_0 + b_0}{2} \exp[-\gamma \cdot (P - P_0)] + \frac{a_0 - b_0}{2} \exp[-\gamma \cdot (P - P_0)] \\ b(P) = \frac{a_0 + b_0}{2} \exp[-\gamma \cdot (P - P_0)] - \frac{a_0 - b_0}{2} \exp[-\gamma \cdot (P - P_0)] \end{array} \right. \quad (5.6)$$

$$\text{Avec } \gamma = \frac{2(1 - \nu^2)}{E}. \quad (5.7)$$

En considérant que $P \ll E$, le développement limité au premier ordre des équations (5.5) et (5.6) permet de montrer que :

$$a(P) \approx a_0 \quad (5.8)$$

$$b(P) \approx b_0 \left[1 - \frac{2(1 - \nu^2)}{\alpha E} \cdot (P - P_0) \right] \quad (5.9)$$

avec $\alpha = \frac{b_0}{a_0}$ le facteur de forme initial de la section elliptique. L'effet de la pression sera donc

d'autant plus fort que le facteur de forme est petit, c'est à dire que l'ellipse est aplatie.

Une conséquence importante de l'équation (5.9) est l'existence d'une pression de fermeture P_f de

l'inclusion, lorsque $P - P_0 = \frac{\alpha E}{2(1-\nu^2)}$.

Si le canal est à section circulaire, on a :

$$r(P) = r_0 \left[1 - \frac{2(1-\nu^2)}{E} (P - P_0) \right]. \quad (5.10)$$

En utilisant les équations de conductances dans ces types de canaux:

- dans le cas d'un canal de section elliptique :

$$g_h(P) = \frac{\pi}{4} \frac{(a(P) \cdot b(P))^3}{(a(P)^2 + b(P)^2)L}. \quad (5.11)$$

- dans le cas d'un canal de section circulaire, l'équation se réduit à :

$$g_h(P) = \frac{\pi}{8} \frac{r(P)^4}{L}. \quad (5.11)$$

Et en introduisant les dépendances en pression des tailles d'inclusions 5.5 et 5.6 ou 5.10, on peut obtenir les évolutions des conductances associées et par la modélisation réseau, on obtient les évolutions des perméabilités macroscopiques.

5.2. Application au grès de Bentheim et au carbonate d'Estailades

PUBLICATION 2

Article sous presse – SPE Evaluation & Engineering (2008)

Stress dependent directional permeabilities of two analog reservoir rocks :

A Prospective Study on Apport of Micro Tomography and Pore Network Modeling

Stress Dependent Directional Permeabilities of Two Analog Reservoir Rocks: A Prospective Study on Apport of MicroTomography and Pore Network Modeling

J. Dautriat, N. Gland, S. Youssef, E. Rosenberg, S. Bekri, and O. Vizika-Kavvadias, Institut Français du Pétrole (IFP)

1. Summary

To predict the effects of stress on rock permeability, we propose an integrated approach based on an extended rock characterization, an experimental investigation of pressure dependency of directional rock permeabilities and finally a pore scale simulation of this dependency using equivalent pore network modeling extracted from microtomography analysis. This study has been conducted on two analogue reservoir rock types: the high permeability Bentheimer Sandstone and a dual porosity carbonate, the Estailades Limestone having an intermediate permeability. Compression tests have been conducted using a new triaxial cell specially designed to measure directional permeability along and transverse to direction of maximum stress application. We measured the pressure dependency of porosity, directional permeabilities, compressibilities and elastic moduli of the tested samples. We also performed Computed Micro Tomography imaging of the rock samples, from which we extracted the pore network skeletons and the associated characteristics lengths. Then we calculated the macroscopic transport properties using Pore Network Modeling based on the real pore geometry. We included a model of pressure dependence of pore and throat sizes based on pressurized cavity model derived from elasticity theory to simulate the evolution of porosity and permeability with pressure. We show that the experimental determination of the evolution of directional permeabilities under hydrostatic and deviatoric loading is feasible. Finally, we show that the Pore Network Modeling coupled with μ -Tomography can be a promising tool to forecast the evolution of transport properties under stress representative of reservoir conditions, at the condition of developing advances pore-scale compaction models.

2. Introduction

The decrease of pore pressure during oil production induces significant modifications of the field stress, which results in an increase of the effective vertical and horizontal stresses applied on the reservoirs (Holt 1990; Schutjens et al. 1997). The resulting compaction may have an important impact on the microstructures and the petrophysical properties of the rocks. Numerous experimental studies have shown the effect of the stresses increase on the evolution of common petrophysical properties such as porosity and permeability. In most cases, the porosity loss accompanying compaction is associated with a permeability reduction (Brace et al. 1968; Morita et al. 1984; David et al. 1994; Zhang et al. 1990). However, some authors have also reported an increase of the permeability with pressure due either to specific stress paths (Morita et al. 1984; Rhett et al. 1992) or to some preferential orientations of microstructures bearing fluid flows, such as microcracks, compared to the direction of principal stresses (Schutjens et al. 1997; Gray et al. 1992). Those results support

the importance of performing flow experiments under true reservoir conditions, i.e. triaxial conditions.

In deviatoric loading conditions, the permeability evolution depends on the strain regime. In the brittle regime, experimental results obtained on sandstones (Zhu et al. 1997; Wong et al. 1997) showed a dependence of permeability evolution with the initial porosity of the rock, and highlighted two different behaviors; in the case of low-porosity sandstones, the brittle failure induces a permeability increase (Keaney et al. 1998; Heiland 2003) due to an augmentation of the porous network connectivity and possibly to the apparition of strongly preferential flow paths; for the high-porosity sandstones, the diminution of the permeability is mainly due to the reduction of the pore throat sizes (Bouteca et al. 2000) or to the increase of the network tortuosity (Zhu et al. 1997). In the shear-enhanced compaction regime defined by Wong et al. (1997), the authors observed a drop of the porosity associated with a drastic permeability reduction due to the pore collapse mechanisms (Zhang et al. 1990).

Those previous studies showed that the evolutions of permeabilities under stresses depend on numerous parameters, such as loading conditions, initial porosity and initial microstructural anisotropy (grains, microcracks, pore throats) compared to the loading direction (Zhu et al. 1997). In this study, we thus proceed to a fine characterization of the petrophysical properties of two rock types, the Bentheimer Sandstone and the Estailades Limestone. We present the petrophysical results obtained with a new triaxial cell, which allows to measure the directional permeabilities evolutions on a single core sample submitted either to hydrostatic or triaxial conditions. We show that the observations and characterization of the compressed samples constitute an important stage for the identification of the micromechanisms responsible of the measured permeability evolutions. The contribution of Computed Micro Tomography (CMT), in addition with the classical petrophysical tools such as Hg porosimetry, Nuclear Magnetic Resonance (NMR), Scanning Electron Microscopy (SEM), is of great value to achieve this task. Indeed, computational methods to extract the 3D structure of pore networks from microtomography reconstructions have made tremendous advance in last years (Lindquist et al. 2000; Youssef et al. 2007). Those techniques and methodologies are applied to the tested rock samples.

In the elastic strain regime, pore-scale compaction models based on the pressure dependency of a simple geometrical representation of the porous space (non-interacting porous inclusions) and knowledge of the effective moduli of the rock have shown certain efficiency to predict porosity and permeability evolutions (Bernabe et al. 1982, 1995). We propose to apply similar compaction models on the extracted pore network using CMT, to compare the calculated porosity/permeability evolutions to our experimental results and to bring some insight on potential apport of CMT and Pore Network Modeling techniques for prediction of stress-dependance of transport properties of reservoirs rocks.

3. Experimental Set-up and Protocols

The triaxial cell used in this study has been co-developed by I.F.P. and ErgoTech. The cell is operated using two high pressure pumps to control independently the confining and axial pressures in the range 3MPa to 69MPa. An intermediate pressure pump generates flows of brine through the core sample. The pore pressure regulation, up to 25MPa, is achieved either by a back pressure system or by the pump. The cell is placed inside an oven where the temperature can be regulated up to 200°C. Care is taken with thermal regulation of the whole system, critical for accurate measurements of permeabilities on long period. All results presented in this study were obtained at a regulated temperature of 40°C. The cell is equipped with deformation sensors to measure both axial and radial strains of the core samples. The axial displacement of the piston is monitored using a couple of external Linear Variable Differential Transformer (LVDT) sensors fastened parallel between the upper mobile piston and the lower fixed piston. The radial deformations of the cores are measured using a double channels cantilever sensor fastened to the sleeve inside the cell.

The innovative characteristic of the cell is related to the special equipment of the core sleeve, which allows permeabilities measurements in three orthogonal directions. Commonly, permeability measurements in triaxial set-ups are achieved by measuring during steady state flow the differential of pressure between the inlet and the outlet of the sample in the axial direction, also direction of maximal stress). In addition, our triaxial set-up allows to measure the differential of pressure induced by an axial flow between two points located at 1cm of each ends of the core, using small fluid samplers in contact with the lateral surface of the core (items 10 and 11 on **Fig. 1**); in this way, we can get rid of potential end-effects on axial permeability measurement [].

The first permeability measurement is referenced as the Axial Full-Length, while the second one is referenced as the Axial Middle-Length. The core sleeve is also equipped to measure the permeabilities in two radial directions along the diameter of the sample. Specific injectors were designed and positioned in contact with the lateral surface of the core. For each radial direction, there is one injector (item 12) facing one receptor (item 13) along the diameter. For the pressure differential measurement, we use a set of differential pressure sensors from ranging from $\pm 15\text{mbar}$ to $\pm 400\text{mbar}$ respectively adapted to measure permeabilities of cores of $1D$ to $1mD$ with average flow rates between 1 and 0.01mL/min . All measurable parameters are monitored on an acquisition bench and stored on a computer.

Compression tests are performed on cylindrical samples of diameter $D=38.1\text{mm}$ and height $L=80\text{mm}$ saturated with NaCl brine at concentration 20g.L^{-1} . The saturated sample is placed vertically in the core sleeve, and the cell is filled with confining oil. First, we applied a preliminary confining and axial pressure of few MPa to ensure sealing of the core sleeve onto the sample.

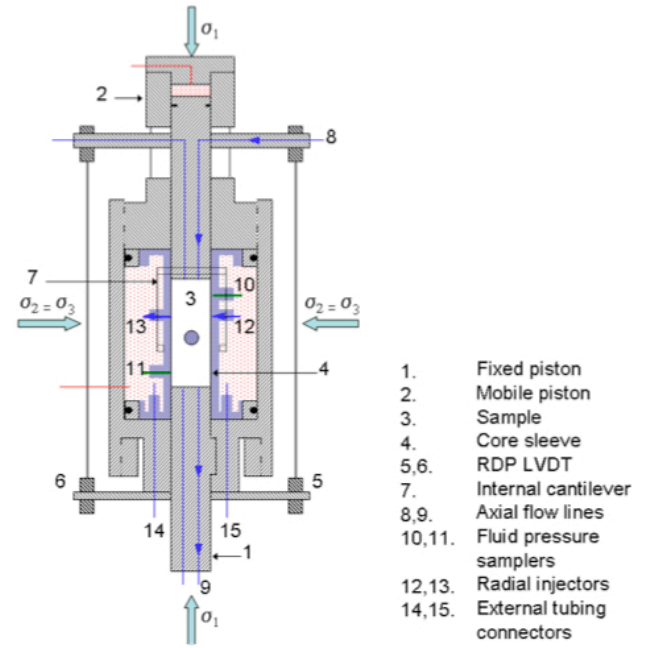


Fig. 1-Simplified sketch of the directional flow triaxial cell.

After saturation of the flow lines by pressurized brine circulation, the pore fluid pressure is increased to 1MPa using a back-pressure system. At this point, the oven is regulated to 40°C, as well as the pore fluid pump and the flow lines network. At this slightly pre-stressed and equilibrated stage, all displacement sensors are initialized to zero. Two different stress-path were investigated during our compression tests; for hydrostatic compression experiments, we performed a loading by pressure steps (2MPa at low pressure and 5 to 10MPa at high pressure) until the maximum pressure, at constant pore pressure of 1MPa ; for the 'uniaxial' compression tests, the increase of axial stress was continuous and the confining pressure was maintained at 3MPa .

At each pressure step, we performed axial and radial permeabilities measurements using the steady state method. For the two axial measurements, classical Darcy's law is used:

$$\frac{Q}{A} = \frac{k_{az}}{\mu} \frac{\Delta p_p}{L}, \quad (1)$$

where Q is the flow rate, A is the circular cross section of the sample, μ is the fluid viscosity, Δp_p is the differential pressure induced by brine flow between the inlet and outlet of the sample; in the case of the classical axial Full-Length permeability calculation $k_{az,FL}$, L is defined as the length of the sample, whereas in the case of the Middle-Length axial permeability calculation $k_{az,ML}$, L is defined as the vertical spacing between the two intermediate fluid samplers. For the two radial measurements, a modified Darcy's law was employed:

$$\frac{Q}{A_r} = G \frac{k_r}{\mu} \frac{\Delta p_p}{D}, \quad (2)$$

where G is a correcting factor introduced to take into account the non cylindrical shape of the radial flow lines between the

transverse injector and receptor of cross section A_r along the diameter D of the sample.

G as 'geometrical' factor was first calculated by Collins (1961) for a transverse flow in a bidimensionnal circular geometry using a conformal mapping method. More recently, Bai et al. (2002) developed a Finite Element Modeling to calculate this factor for a tridimensional geometry of transverse flow in a cylindrical core. Following their methodology, the factor G was determined using a finite element simulation to solve the equation of flow at Darcy scale, illustrated on **Fig. 2**. Considering an homogeneous sample, with permeability isotropy, having a diameter $D=38.1\text{mm}$ and a length $L=80\text{mm}$ and radial injector/receptor of diameter $d=9\text{mm}$ (corresponding to an aperture angle of $\theta \sim 25^\circ$), we calculated a geometrical factor $G=5.5$. But this correcting factor remains quite sensitive to the intrinsic permeability anisotropy, which is a priori unknown but could be correlated to the pore shape anisotropy (Bass et al., 2007). **Fig. 2(d)** illustrates the influence of the transverse permeability anisotropy, on the factor G. This transverse anisotropy can pre-exists in the sample as layered microstructure or can developed afterward due to triaxial loading. A permeability anisotropy A_k less than 20% has small influence on the factor G. As described in the next part, the pre-existing microstructural anisotropy of the selected rock-types, inferred from sonic measurements, is smaller, but does not necessary correlate directly to permeability anisotropy. If permeability anisotropy is suspected to develop above 20%, more complex methodology, such as inversion of multiple directional measurements, should be used to characterize the anisotropy evolution. Because hydrostatic loading should not induce sensible evolution of the pre-existing permeability anisotropy, in this study we use a constant G.

4. Samples petrophysical characterization

For this study, we chose two different rock types, the Bentheimer Sandstone and the Estallades Limestone. The petrophysical and mechanical characterizations of these rocks are presented in **Tab.1**. The porosity of the samples were measured using different techniques (dry-wet weights, CT-Scan, Hg Porosimetry, gas pycnometer). Absolute permeability and Formation Factor were measured on a single flow set-up using steady state technique as described previously. Additionally, Hg porosimetry, NMR T2 relaxation and ultrasonic P-wave velocity measurements (following Louis et al. (2004) methodology to characterize the microstructural anisotropy) were performed.

Bentheimer Sandstone

The Bentheimer sandstone is composed of 95% of quartz, a weak fraction of altered feldspars (less than 2%) opening locally large pores and roughly 3% of clays (NMR T_2 peak centred at 35ms on **Fig. 6(a)**) distributed homogeneously as

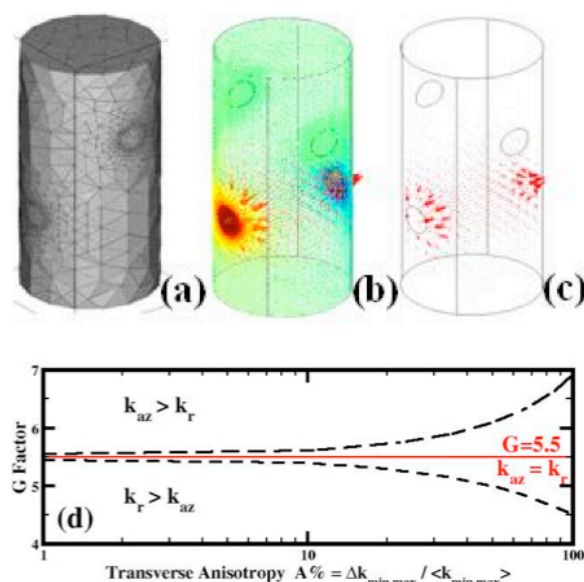


Fig. 2-Calculation of factor G using Finite Element Simulation with Darcy Model: (a) meshing model reproducing the geometry of the experimental set-up; (b) pressure gradient and (c) flow lines; (d) Evolution of factor G with transverse permeability anisotropy.

clusters in the porosity. The quartz grains are well sorted around an average size of $200\mu\text{m}$. The porosity of the Bentheimer sandstone is about 24%, corresponding to a high permeability value, around 3D. As shown on **Fig. 5(a)**, the mercury intrusion curve reveals a narrow distribution of the pore throats radii centred at $20\mu\text{m}$. From the ultrasonic P-wave velocities measurements presented in **Fig. 7(a)**, we show that dry Bentheimer sandstone exhibits a transverse anisotropy A_v of 11%. As shown by Louis et al. (2003), this transverse anisotropy underlines the bedding plane of this sandstone (visually non apparent). In saturated conditions, the velocities anisotropy decreases by a factor 2. This reduction could be correlated to the pore shape anisotropy with preferential orientation (Louis et al. 2003). Pore shape anisotropy has also been correlated to permeability anisotropy (Baas et al., 2007).

Estallade Limestone

As seen on MCT reconstruction on **Fig. 4(b)**, the bioclastic Estallades Limestone presents a more complicated microstructure. The SEM images on **Fig. 3 (c)** revealed that it is composed of calcite (white phase) and algae grains (gray phase) cemented by microsparite. SEM observations on **Fig. 3 (d)** show an intrinsic microporosity in algae grains. The porosity of the Estallades Limestone measured by wet-dry weights is $\sim 29\%$ and the initial permeability is around $\sim 150\text{mD}$. The distribution of the pore throat radii extracted from the Hg porosimetry (**Fig. 5b**), is larger and bimodal; it is characterized by two peaks associated with the macropores and the microporous phase, respectively at $10\mu\text{m}$ and $0.2\mu\text{m}$. Since the pore sizes of the microporosity are less than $3\mu\text{m}$, and cannot be resolved by MCT-scan reconstructions NMR

T2 distribution presents also two peaks not well differentiated due to possible diffusion coupling between macropores and microporosity [?]. The Estailades Limestone exhibits lower velocities anisotropy (about 6%) than the Bentheimer Sandstone, but this anisotropy is essentially supported by a preferred pores orientation, as revealed by the anisotropy augmentation in saturated conditions. On Fig. 7, we note that for the Estailades Limestone, the maximum axis of velocities is almost merged with the plugging direction. As discussed previously, the moderate pore shape anisotropy of both samples allows to consider that the use of factor G close to 5.5 for the radial permeability calculation will not induce a critical error.

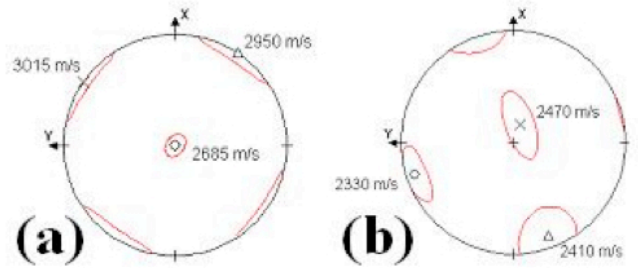


Fig.7-Stereoplots of directional P-Wave velocities of (a) Bentheimer Sandstone and (b) Estailades Limestone, in dry conditions.

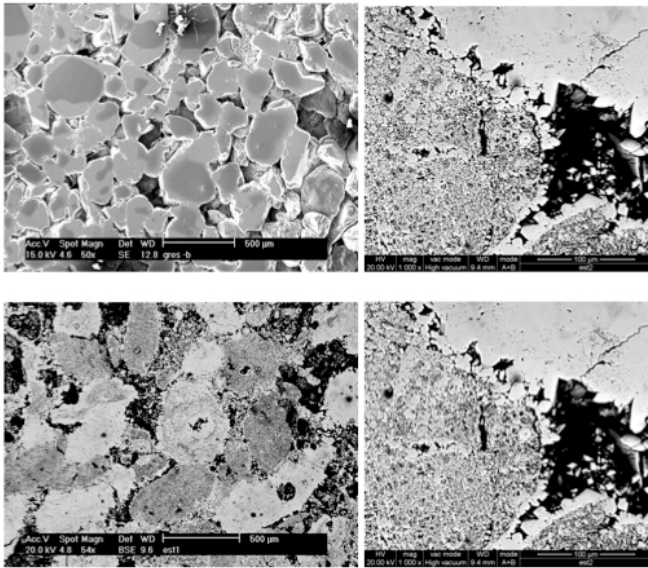


Fig. 3-SEM Images (SE Mode) of (a) Bentheimer Sandstone and (c) Estailades Limestone; enlargement on (a) intergranular contact and (b) microporous algae grain.

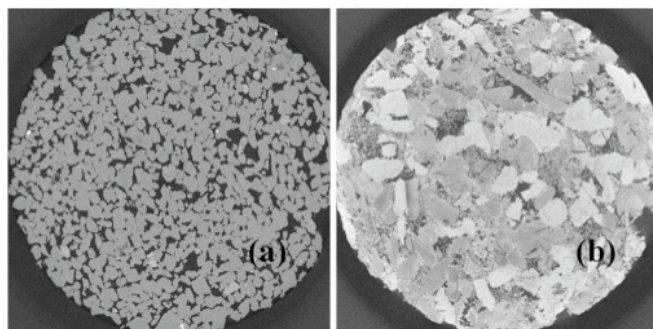


Fig. 4-MCT-Scans at 3μm resolution of (a) Bentheimer Sandstone and (b) Estailades Limestone miniplugs of 5mm diameter.

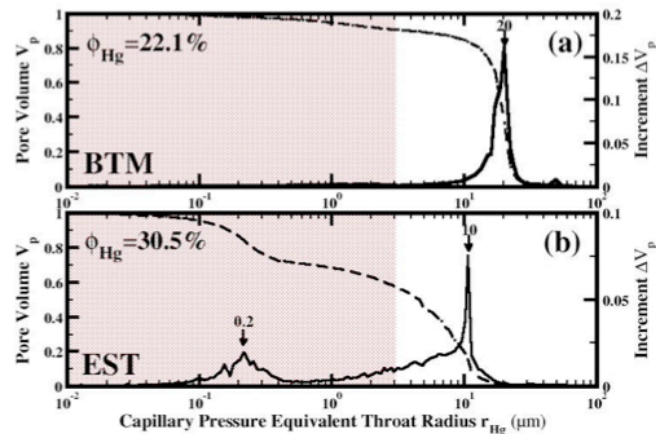


Fig. 5-Hg porosimetry of (a) Bentheimer Sandstone and (b) Estailades Limestone before compression experiments; shaded zone corresponds to sizes not covered by MCT acquisition.

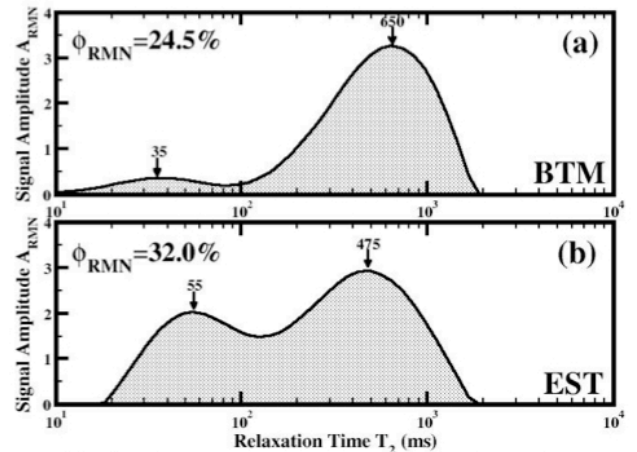


Fig. 6-NMR T2 relaxation time distribution Hg of (a) Bentheimer Sandstone and (b) Estailades Limestone before compression experiments.

5. Deformations and Permeabilities Evolutions under Hydrostatic Loading

The hydrostatic compression tests were all performed starting at the lower accessible confining pressure $p_c^0 = 3\text{MPa}$ to ensure core/jacket sealing and allow correct permeabilities measurements. At this initial hydrostatic state, a first set of permeabilities measurements was performed in each direction $k_{az,FL}^0$, $k_{az,ML}^0$, k_{rx}^0 and k_{ry}^0 .

Bentheimer Sandstone

For the Bentheimer Sandstone, while the radial permeability measurement k_{ry}^0 responded well, k_{rx}^0 measurement could not be performed due to improper experimental conditions at radial flow ports. The initial permeabilities values $k_{az,FL}^0 = 1774\text{mD}$, $k_{az,ML}^0 = 2891\text{mD}$ and $k_{ry}^0 = 2335\text{mD}$, are reported in **Tab. 2**.

Initial Axial Permeability

We found the Full-Length permeability value to be $\sim 2/3$ lower the Mid-Length value (i.e. $k_{az,ML}^0 \sim 1.6 k_{az,FL}^0$). This kind of discrepancy between the two different axial measurements has already been observed by Kornes et al. (2006) on Sandstones and Chalks samples using similar flow apparatus. In their study, the discrepancy factors spread respectively between 1.2 and 2.4. They concluded that end effects were likely induced by stresses heterogeneities nearby the axial pistons and the sample ends, responsible for an enhanced pressure drop for the Full-Length measurement. Furthermore, Fortin et al. (2005) have shown that at early stage of compression experiments on Bentheimer Sandstone, the acoustic emissions relocalization highlighted a compressive type damage occurring in the sample near the piston/sample interface at an early stage of compression. We think that hydro-mechanical end effects are likely to occur in most compression experiments and could be responsible for the discrepancy observed between the two axial permeability measurements (Dautriat et al., 2008a). The intermediate measurement is therefore relevant for stress-dependency studies.

Initial Radial Permeability

With regards to the discrepancy between the axial and the radial measurements, assuming that the Mid-Length axial permeability is correct, we find a factor ~ 1.2 between the two orthogonal permeabilities, resulting in an apparent permeability anisotropy A_k of $\sim 20\%$; Louis et al. (2003) and Benson et al. (2005) have also previously measured a small permeability anisotropy for the Bentheimer Sandstone. Furthermore, Baas et al. (2007) have shown a relation between the grain/pore fabric and the axes of permeability anisotropy; we observe that the direction of maximum permeability, the plug elongation, corresponds to the direction of pore shape anisotropy, as defined by the velocities measurements (maximum in the transverse plane).

Stress-Path and Permeability

From this initial state, a pressure increment was applied each day, from 3MPa to 65MPa. Total and pore volume changes, ΔV_p and ΔV_t , were monitored during to compression to calculate porosity, compressibilities and elastic moduli evolution. The pressure step loading rate was moderate $\dot{p} = 0.5\text{MPa.min}^{-1}$ and the consecutive deformation stabilization time takes about ~ 2 hours. The compaction equilibration reached, the new set of directionnal permeabilities k^p was measured at the new pressure, each permeability measurement taking about one hour. After 13 steps and two weeks, the maximum hydrostatic pressure of 65MP accessible with our triaxial apparatus was reached, far below the critical pressure of Bentheimer Sandstone (see **Tab. 1**). Because we stayed in the elastic regime of deformation, only moderate permeability reduction was observed. At this point, we unloaded the sample back to the initial hydrostatic pressure $p_c^0 = 3\text{MPa}$, while measuring total and pore volumes increases. Finally we measured the set of residual permeabilities k^r reported in **Tab. 2**. In addition, continuous hydrostatic compression experiments were also performed at the same rate \dot{p} , to check that the measured strains on prolonged experiments were representative of elastic deformation mechanisms only and no creep.

Porosity, Compressibilities and Elastic Moduli

Fig. 8(a) shows the porosity evolution of the Bentheimer Sandstone sample as well as the total and pore volumes changes during the hydrostatic compression experiment. The porosity decreases of less than one unity from $\phi^0 = 24.4\%$ to $\phi^p = 23.6\%$. In a first stage, from 3MPa to 20MPa, the porosity reduction is non-linear. The response is then almost linear up to 65MPa. After unloading back to 3MPa, an hysteresis was observed and the residual porosity at 3MPa was $\phi^r = 24.3\%$, close to the initial value. The response of the Bentheimer Sandstone in term of porosity change is therefore almost elastic with a non-linear behaviour in the early stage of compression. We also note on **Fig. 8(a)** that the evolutions of total volume strain and pore volume strain differ from one other past 10MPa to reach a difference of $\sim 30\%$ at 65MPa. This discrepancy is linked to the Biot coefficient of the rock [Zimmerman, 1991] and is compatible with results of previous studies on sandstones compressibilities [Fatt, 1958]. With the axial and radial deformations ε_a and ε_r recorded during the hydrostatic compression experiments, we can calculate the volumic strain change $\Delta\varepsilon_v = \Delta\varepsilon_a + 2\Delta\varepsilon_r$ for a pressure step $\Delta\sigma_p$; from it we can deduce the bulk compressibility $C_{bc} = \Delta\varepsilon_v / \Delta\sigma_p$ for each pressure step and get the average bulk modulus by the slope $K = \Delta\sigma_p / \Delta\varepsilon_v$. For the Bentheimer Sandstone, the values on the range 15MPa to 40MPa are $\langle C_{bc} \rangle = 0.16\text{GPa}^{-1}$ and $K = 6.5\text{GPa}$.

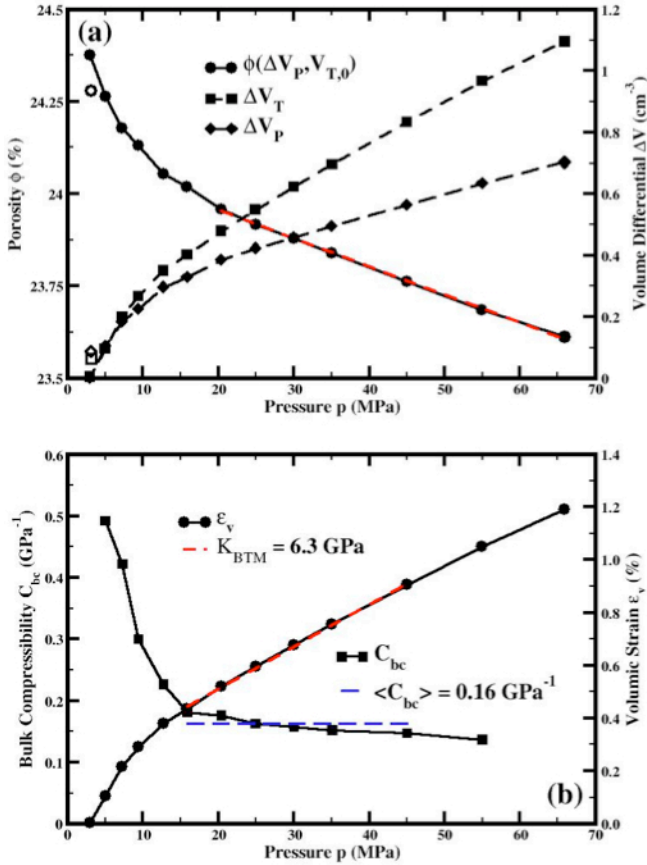


Fig. 8-Hydrostatic compression experiment of Bentheimer Sandstone: (a) Porosity, bulk and pore volumes evolutions; (b) Volumic Strain and Bulk Compressibility evolutions.

Directional Permeabilities Pressure Dependence

On Fig. 9(a) and 9(b), we present the absolute and normalized directional permeabilities evolutions of the Bentheimer Sandstone during the hydrostatic compression experiments. Due to high porosity (24.4%), large average pore throats (20 μ m) and small compressibility (0.16GPa⁻¹), permeability, Bentheimer Sandstone is expected to have a weak response to pressure. Indeed, Mid-length axial permeability $k_{az,ML}$ shows a moderate decrease, less than 10% from the initial value. Radial permeability k_{ry} seems also to present a decrease but due to strong fluctuations, a general trend cannot be determined. The most important reduction of permeability was observed for the full-length axial permeability $k_{az,FL}$ with a drop of almost 35% of the initial value on the first 20MPa. We link this strong decrease to the end-effects already discussed. We verified that the continuous compression experiment give a close behaviour for the three permeabilities (see Fig. 9(b)). Above 20MPa, the axial permeabilities evolutions become more similar. We think that the Mid-Length axial permeability evolution is more representative since it is not affected by the suspected end-effects. End effects are also inferred from the residual value of the axial Full-Length permeability at 1185mD; permeability is

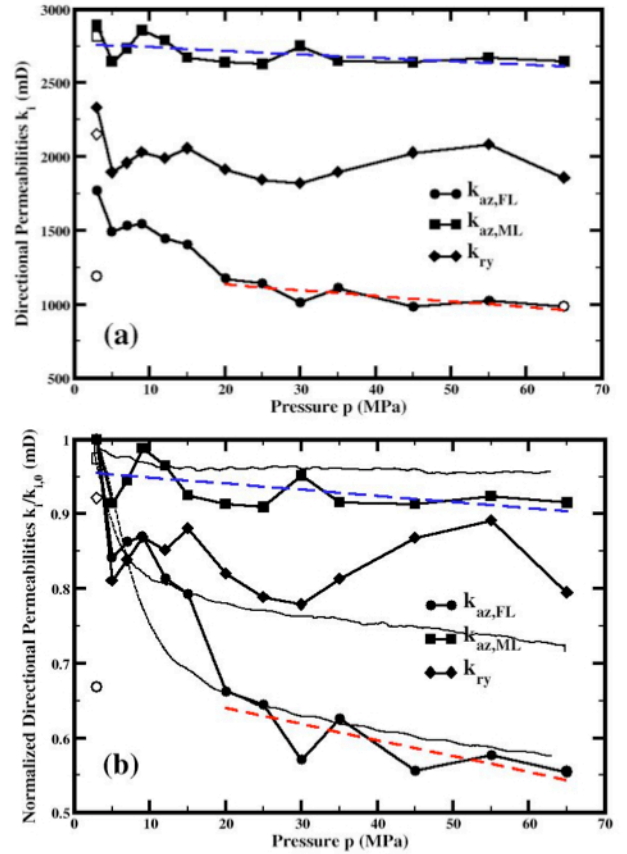


Fig. 9-Hydrostatic compression experiment of Bentheimer Sandstone: (a) absolute and (b) normalized directional permeabilities evolutions.

almost not recovered while porosity comes back to the initial value. It appears that the general trend is a linear reduction of permeability with pressure; Linear fits give slopes $\gamma_{k_{z,ML}} = 8.2E-4 \text{MPa}^{-1}$ and $\gamma_{k_{z,FL}} = 2.1E-3 \text{MPa}^{-1}$.

Estailades Limestone

For the Estailades Limestone, the radial permeability measurement k_{ry} responded well but not k_{rx} . The initial permeabilities values $k_{az,FL}^0 = 152 \text{mD}$, $k_{az,ML}^0 = 165 \text{mD}$ and $k_{rx}^0 = 69 \text{mD}$, are also reported in Tab. 2.

Initial Axial and Radial Permeabilities

From the microstructural analysis, we assumed a weak permeability anisotropy. Both axial permeabilities are approximately the same, with the Mid-Length value slightly higher than the Full-Length value. The discrepancy with the radial permeability measurement is quite pronounced, with radial permeability twice smaller, in disagreement with the assumed isotropy. For the sample submitted to the uniaxial test (see next section) we observe in Tab. 3 that the discrepancy is less pronounced.

In a campaign of recent triaxial experiments detailed elsewhere (Dautriat et al, 2008b), we found generally a good agreement ($\sim 10\%$ discrepancy) between the axial and radial permeabilities. Actually, local heterogeneities, in the vicinity of the injector are most probably responsible for the observed differences and do not affect really the pressure dependence.

Stress-Path and Permeability

The hydrostatic compression was performed using the same protocol; strains and volumes changes were monitored during compression and at compaction equilibration, the set of permeabilities was measured.

Porosity, Compressibilities and Elastic Moduli

The evolution of porosity of Estailades Limestone is presented in **Fig. 10(a)**. In the lower range of confining pressure from 3MPa to 25MPa, corresponding to the elastic regime, the porosity decreases from $\phi^0 = 27.5\%$ to $\sim 27\%$. Above 25MPa, the porosity reduction deviates from linearity, drops drastically from 30MPa to 45MPa towards $\sim 24\%$ and tend to stabilise towards 65MPa. The pressure at drop, often referenced as the critical pressure p^* and introduced by Zhang et al.⁶, corresponds to an irreversible damage of pore collapse. The residual value of porosity $\phi^r = 24\%$, measured by pore volume change during unloading back to 3MPa, was confirmed by the average porosity estimation from a CT-scan density profile (see **Fig. 12(a)**). This strong compaction is clearly visible on **Fig. 12** showing mid-sections of reconstructed MCT volumes of two mini-plugs ((a) preserved and (b) damaged states) of the Estailades Limestone.

At this scale, we observe that macro-porosity has collapsed but we cannot identify strong evidence of grain crushing as sometimes observed in sandstones. The evolutions of bulk and pore volume correlate well, meaning limited Biot mechanism for this limestone. From the volumic strain evolution between 10 to 25MPa corresponding to elastic regime, we calculated a bulk modulus $K=3.6\text{GPa}$ and an average bulk compressibilities $\langle C_{bc} \rangle = 0.28\text{GPa}^{-1}$. The Limsetone is

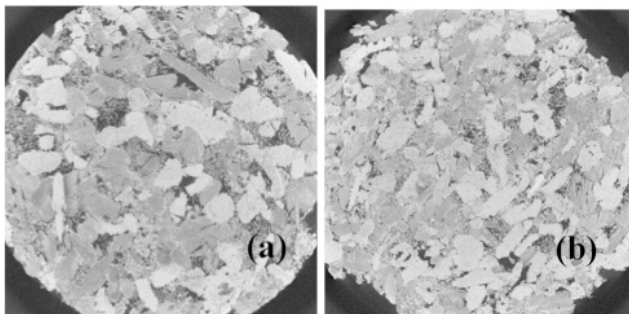


Fig. 12-MCT-Scans of Estailades Limestone at $3\mu\text{m}$ resolution (a) before and (b) after hydrostatic compression.

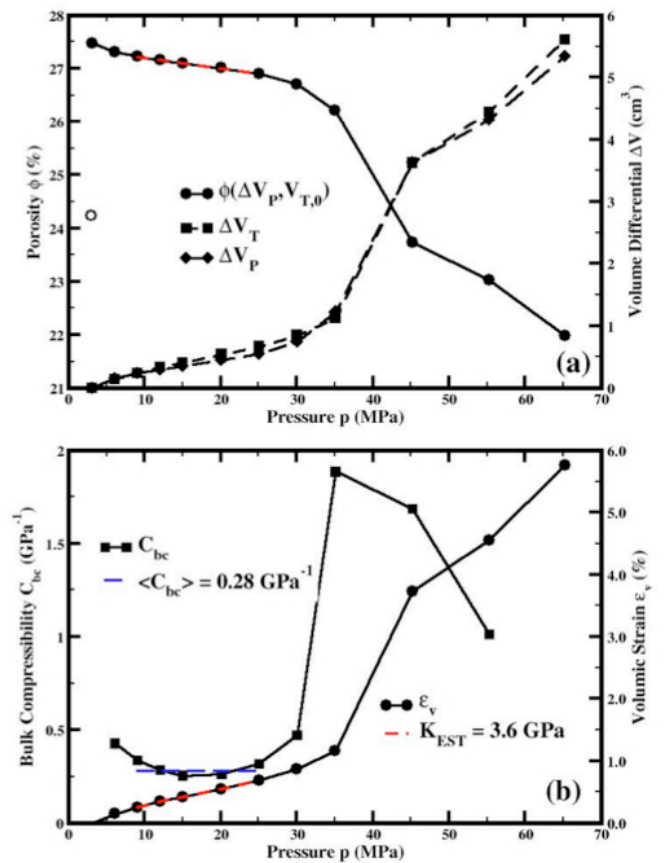


Fig. 10-Hydrostatic compression experiment of Estailades Limestone: (a) Porosity and bulk and pore volumes evolutions; (b) Volumic Strain and Bulk Compressibility evolutions.

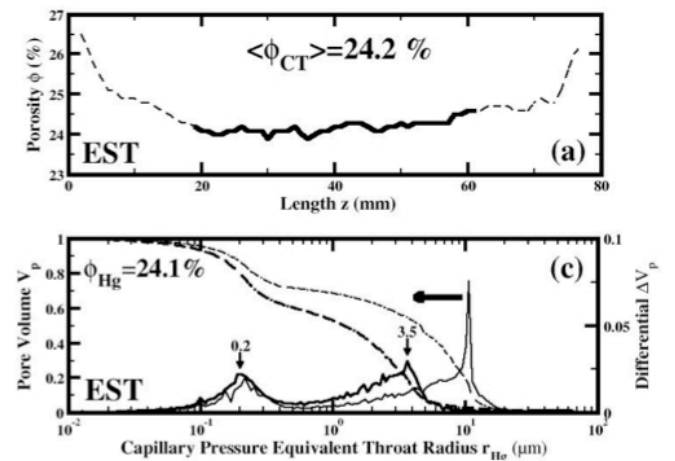


Fig. 12- (a) CT-scan porosity profile (with boundary effect) after collapse showing homogeneous porosity reduction to $\sim 24\%$, associated with drastic permeability drop from $\sim 160\text{mD}$ to $\sim 20\text{mD}$; (b) Hg porosimetry of Estailades Limestone after collapse showing shift of macropores peak from $10\mu\text{m}$ to $3.5\mu\text{m}$.

Permeability Pressure Dependence

The absolute and normalized directional permeabilities evolutions for the Estailades Limestone are presented on **Fig. 11(a) and 11(b)**. Both Full-Length and Mid-Length axial permeabilities as well as radial permeability follow similar evolution during the hydrostatic compression experiment. A linear permeability reduction of roughly 20% is observed on the lower range of pressure up to 25MPa. On this elastic regime, the mean permeability reduction coefficient is $\gamma_{k_{az,ML}} = 8.7E-3 \text{MPa}^{-1}$. Above 25MPa, the permeability reduction also deviates from linearity and drops drastically from 35MPa to 45MPa to reach 20% of its initial value; at this point we have $k_{az,FL} \sim k_{az,ML} \sim 38 \text{mD}$ and $k_{ry} = 16 \text{mD}$. Up to 65MPa, the permeability reduction slows down as the material stiffen. The final axial and radial permeabilities values are respectively $k_{az,FL} \sim k_{az,ML} \sim 19 \text{mD}$ and $k_{ry} = 13 \text{mD}$ and remain practically unchanged after unloading back to 3MPa. The residual permeabilities are almost one order of magnitude lower than the initial permeabilities before compression.

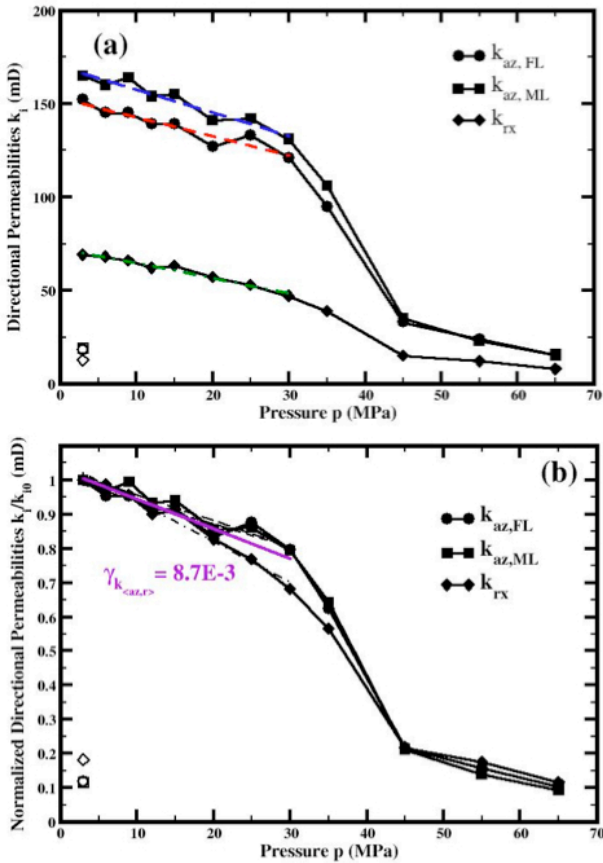


Fig. 11-Hydrostatic compression experiment of Estailades Limestone: (a) absolute and (b) normalized directional permeabilities evolutions.

This drastic loss of permeability in all directions can be correlated to the Mercury porosimetry experiment; on **Fig. 12(b)**, we observe a shift of the principal peak of the capillary equivalent throat radii distribution from $10 \mu\text{m}$ to $3.5 \mu\text{m}$, corresponding to the pore collapse. While, the macroporosity structure is strongly changed, the microporosity seems unaffected. Hg Porosimetry indicates also a loss of porosity estimated at 24%.

Rock Types	Bentheimer (BTM)			Estailades (EST)		
P_c	k^0	$k^{p \max}$	k^r	k^0	k^{p*}	k^r
3MPa	mD	mD	mD	mD	mD	mD
$k_{az,FL}$	1774	983	1185	152	16	18
$k_{az,ML}$	2891	2646	2816	165	16	19
k_{rx}	-	-	-	69	8	13
k_{ry}	2335	1856	2151	-	-	-

Tab. 1-Directional permeabilities measurements at hydrostatic pressure of 3MPa before (initial k_0) and after (residual k_r) hydrostatic loading for the Bentheimer Sandstone and the Estailades Limestone; k_{pmax} or k_{p*} (pore collapse) for permeability at maximum pressure.

6. Deformations and Permeabilities Evolutions under Triaxial Loading at Low Confinement

The triaxial compression tests were also performed starting at the confining pressure $P_c^0 = 3 \text{MPa}$, to stay close to true 'uniaxial' conditions (i.e., free lateral boundaries). At initial hydrostatic state before deviatoric loading, a first set of permeabilities measurements was also performed in each direction. The values $k_{az,FL}^0$, $k_{az,ML}^0$, k_{ry}^0 (reported in Table 2) are respectively 1185mD, 2816mD and 2151mD for the Bentheimer Sandstone and 152mD, 165mD and 69mD for the Estailades Limestone. The axial load was then increased at a reasonable rate ($\sim 1/100 \sigma_a^* \text{MPa/min}$) until failure of the samples at $\sigma_a^* = 52 \text{MPa}$ for the Bentheimer Sandstone and $\sigma_a^* = 21 \text{MPa}$ for the Estailades Limestone. The radial pressure differential giving the most stable response was monitored continuously during loading, to estimate the radial permeability evolution, k_{rx} for the Bentheimer Sandstone and k_{ry} for the Estailades Limestone.

The results from the deviatoric compression tests are presented in **Fig. 13** for elastic moduli and in **Tab. 3** for permeabilities. The Young Modulus E is obtained directly from the slope of the axial stress-strain curves since $E = \Delta \sigma_a / \Delta \epsilon_a$. The linear behaviour is respected on the range 15MPa-40MPa for the Bentheimer Sandstone and 5MPa-15MPa for the Estailades Limestone. The Young Modulus is $E_{BTM} = 10.3 \text{GPa}$ for the Bentheimer Sandstone and $E_{EST} = 6.5 \text{GPa}$ for the Estailades Limestone. The Poisson's Ratio of the two samples are also obtained directly

from the ratio of the slopes of the axial and radial stress-strain curves, since $\nu = -\Delta\epsilon_r / \Delta\epsilon_a$. $\nu_{BTM}=0.20$ for the Bentheimer Sandstone and $\nu_{EST}=0.24$ for the Estailades Limestone respectively. We confirm thereby the previously determined values of bulk moduli $K_{BTM}=6.5\text{GPa}$ and $K_{EST}=3.6\text{GPa}$ from the hydrostatic compression test; indeed, the relationship $K = E/3(1-2\nu)$ relating the elastic constants of isotropic materials gives $K_{BTM}^{E,\nu}=5.7\text{GPa}$ and $K_{EST}^{E,\nu}=4.2\text{GPa}$. We point out that those measured moduli are approximations of the values that would be obtained in true uniaxial conditions. Those elastic constants, slightly overestimated, will be used in the pore-scale compaction model presented in the Pore Network Modeling section.

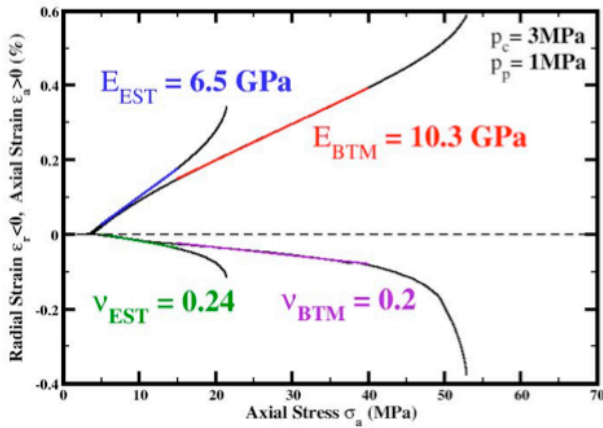


Fig. 13-'Uniaxial' compression experiment of Bentheimer Sandstone and Estailades Limestone: evolutions of axial (positive) and radial (negative) strains as a function of applied axial stress.

For both rock types, during 'uniaxial' compression, radial permeability reduction was observed on the linear elastic regime with coefficient $\gamma_{kr} = 1.E-3 \text{ MPa}^{-1}$ for the Bentheimer sandstone and $\gamma_{kr} = 9.E-4 \text{ MPa}^{-1}$ for the Estailades Limestone. After failure, the uniaxial stress is decreased back to the hydrostatic conditions and a new set of permeabilities measurements $k_{az,FL}^*$, $k_{az,ML}^*$, k_{rxy}^* is performed. We observe on **Tab. 2** that, for the Bentheimer Sandstone, axial permeability increases by a factor 1.3, while radial permeability strongly decreases by a factor 3.4. For the Estailades Limestone, slight axial and radial permeability reductions of factor 1.1 were observed.

At the end of the experiments, the fractured samples were taken out of the sleeve, oriented with the flow directions in order, and imaged by CT-scan. CT-scan slices of both rocks are presented on **Fig. 14**. For the Bentheimer Sandstone, the principal fracture extends from the bottom to the top of the sample with a tilt of 30° and is sub-perpendicular to the radial injection direction \vec{r}_x . For the Estailades Limestone, the fracture only extends on the upper part of the sample, with a bigger tilt, and is oriented sub-perpendicular to the radial

injection direction \vec{r}_y . We observe that the localisation band influences strongly both axial and radial permeability in the sandstone while for the limestone, the permeabilities are only slightly affected. It is known that in sandstone the response in term of permeability change is strongly related to the microstructure of the band; at low confining pressure, porosity increase due to the band can be accompanied either by permeability reduction due to increase of tortuosity and specific surface (Sulem et al. 2005) or by permeability enhancement due to apparition of preferential flow path. For the limestone, as illustrated on **Fig. 14**, the radial permeability measurement is done in the lower part of the sample while the band extends in the upper part; therefore the fracture does not affect strongly the radial permeability.

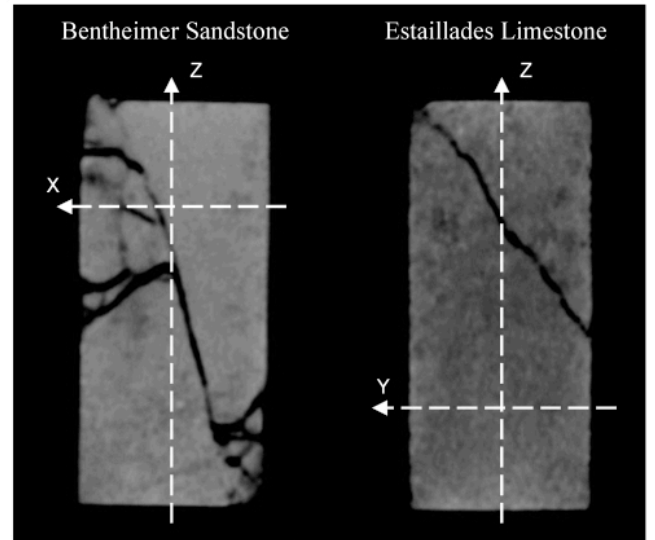


Fig. 14-CT-Scans of Bentheimer Sandstone (left) and Estailades Limestone (right) after failure; (left) fracture, fully developed, sub-perpendicular to x direction and (right) fracture constrained in the upper part and sub-perpendicular to y direction; CT-scan porosity profiles (no boundary effect) after failure showing porosity increases associated with the fractures.

Rock Type	Bentheimer (BTM)				Estailades (EST)			
	k^0		k^*	γ_{kr}	k^0		k^*	γ_{kr}
p_c								
3MPa	mD		mD	MPa ⁻¹	mD		mD	MPa ⁻¹
$k_{az,FL}$	1185	↗	1560	-	159	↘	141	-
$k_{az,ML}$	2816	↗	2985	-	163	↘	152	-
k_{rx}	2151	↘	631	9.E-4	-	-	-	-
k_{ry}	-	-	-	-	103	↘	95	1.E-3

Table 2-Directional permeabilities measurements at hydrostatic pressure 3MPa before loading and post failure and radial permeability reduction coefficients.

7. CMT Imaging and Poral Skeleton Extraction

In order to model the porosity and permeabilities evolutions with pressure of the selected rock types, we decided to investigate the imaging potential of the MCT equipment at IFP. For both rocks, we have imaged cylindrical cores of 5mm diameter and 20mm height. After acquisition of the projections, the 3D volumes are numerically reconstructed at full or downgraded resolution using a classical cone beam Felkamp algorithm. For Bentheimer Sandstone, the reconstruction of a volume of 500^3 voxels at $6\mu\text{m}$ resolution was sufficient to capture the total pore space. For Estailades Limestone, while a larger volume of 1000^3 voxels at higher resolution of $3\mu\text{m}$ was reconstructed, it was not sufficient to capture all the porosity.

Characteristic lengths Extraction Methodology

The pore network extraction methodology developed by IFP and tested on sandstones (Youssef et al. 2007) and carbonates (Vizika et al. 2007) is designed to capture the resolved pore space V_p of the rocks, partition it into pores of individual volume V_p^k separated by throats of surface S_T^k . Minimal radius $r_{T,\min}^k$ and total length l_T^k along the skeleton are evaluated for each throat. Despite having defined a length, which will be used for the conductance calculation only, the throat has zero volume and hence the total pore volume is given by $V_p = \sum V_p^k$. The porosity of the reconstructed volume is then calculated by $\phi = V_p / V_t$. The extraction is processed in four steps: binarisation, skeletonisation, poral partitioning and lengths calculation. The binarisation of the gray level image allows to isolate the resolved porosity. The skeleton algorithm is an hybrid algorithm combining thinning and distance map based techniques called Distance Ordered Homotopic Thinning []. Pore volumes are individualized and characterized by a volume V_p^k and a center \bar{x}_p^k . The pore centers are connected by channel lines of lengths l_T^k and radius r_T^k and the pores volumes intersection defines a surface of area S_T^k . Equivalent lengths, surfaces and volumes to be incorporated in the pore network modeling are then calculated. The pore radius is defined as the radius of the equivalent sphere volume $r_p^S = \sqrt[3]{(3/4\pi)V_p^k}$. In this work, the pore throat radius is defined as the minimal radius along the throat channel $r_{T,\min}$. But, alternative definition of effective throat radius could be calculated (hydraulic radius approximation for instance, calculated from the cross sectional area and perimeter of the throats $r_H = A_T / P_T$). Because only part of the total throat length l_T is hydraulically active from the point of view of pressure drop, an equivalent throat length $l_{T,eq}$ is calculated¹⁷ as:

$$l_{T,eq} = \sum_{\Delta} \Delta l_T^k \left(\frac{r_{T,\min}^k}{r_T^k} \right)^4 \quad (3)$$

where Δl_T^k and r_T^k are the local discret length and radius of the channel. The power 4 comes from the throat conductance equations (6) and (7); $r_{T,\min}$ and $l_{T,eq}$ will be now referenced simply as r_T and l_T .

The Fig. 15 presents the extracted poral skeletons with color representing the local throat radii. The Bentheimer Sandstone presents a reasonably homogeneous poral skeleton while the Estailades Limestone skeleton is more complex and heterogeneous with connected pore clusters and disconnected branches. The Fig. 14 shows the partitionned pores with random colors.

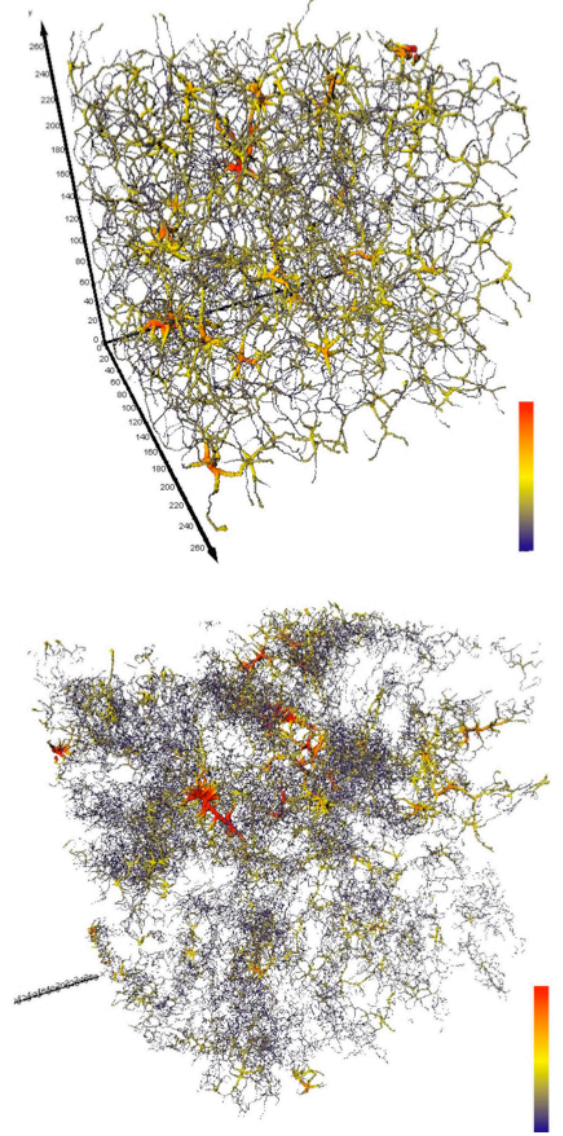


Fig. 15-Poral Skeletons of (a) Bentheimer Sandstone on 250^3 sub-volume with $6\mu\text{m}$ resolution and (b) Estailades Limestone on 500^3 sub-volume subset with $3\mu\text{m}$ resolution. Skeleton thickness and colour according to local minimum radius $r_T(\Delta l_T)$.

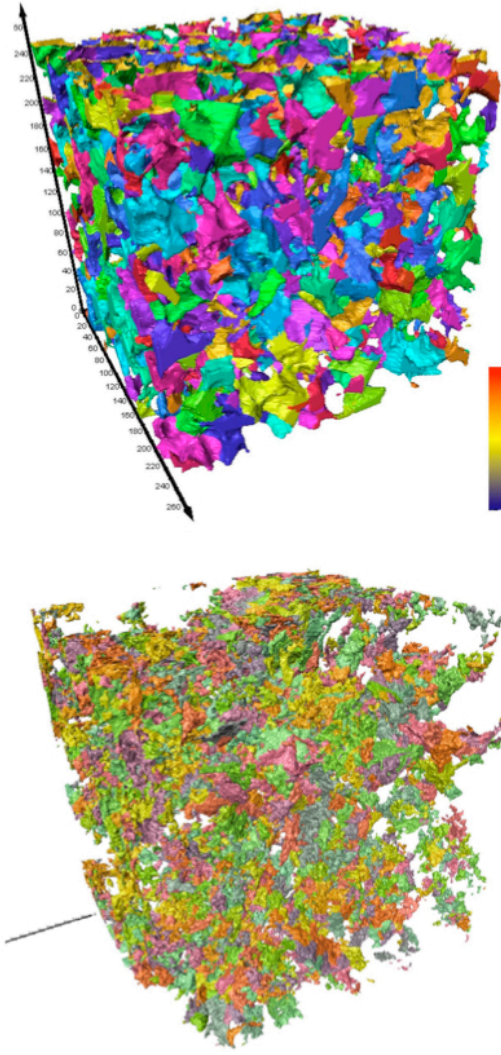


Fig. 16-3D pore space partitions of (a) Bentheimer Sandstone on 250^3 sub-volume with $6\mu\text{m}$ resolution and (b) Estailades Limestone on 500^3 sub-volume with $3\mu\text{m}$ resolution.

Distribution of Network Characteristic Lengths

On **Fig. 17(a)**, we observe that the distributions of minimal throat radius $r_{T,\min}$ are well represented by exponential distributions. Bentheimer Sandstone and Estailades Limestone have respectively mean throat radius $\langle r_{T,\min} \rangle$ of $1.70 \times 6\mu\text{m} \sim 10\mu\text{m}$ and $1.18 \times 3\mu\text{m} \sim 3.5\mu\text{m}$. These radius values underestimate by a factor ~ 2 the capillary equivalent radius deduced from the Hg Porosimetry experiment. Hydraulic throat lengths l_T of the two rocks follow also exponential distributions above the mean values $\langle l_T \rangle$ of $6.65 \times 6\mu\text{m} \sim 40\mu\text{m}$ and $4.32 \times 3\mu\text{m} \sim 13\mu\text{m}$. As a consequence, distributions of throats aspect ratio AR_T (based on hydraulic length), not shown, are also well fitted by exponential distributions with same slope and same mean value $\langle AR_T \rangle \sim 2.6$. Using the real length l_T , the mean geometric aspect ratio would have higher values. Finally, we observe

that the slopes of the exponential distribution are always smaller for the Estailades Limestone, confirming the heterogeneous nature of this rock type in comparison to the Bentheimer Sandstone.

On **Fig. 17(b)**, we observe that the distributions of the sphere equivalent pore radius r_p^S are also well represented by exponential distributions above the mean value $\langle r_p^S \rangle$. Bentheimer Sandstone and Estailades Limestone have respectively a mean pore radius $\langle r_p \rangle$ of $8.46 \times 6\mu\text{m} \sim 50\mu\text{m}$ and $6.75 \times 3\mu\text{m} \sim 20\mu\text{m}$. The pores are clearly much larger than the throats, enhanced the minimal radius description of the throats. Distributions of pore-throat aspect ratio $AR_{p,T}$ are also well fitted by exponential distributions above the mean value. While the peaks of the distributions of pore coordination number Z_p is found at 3, the mean pore coordination numbers $\langle Z_p \rangle$ present higher values of 4.5 and 3.9 for the Bentheimer Sandstone and the Estailades Limestone respectively.

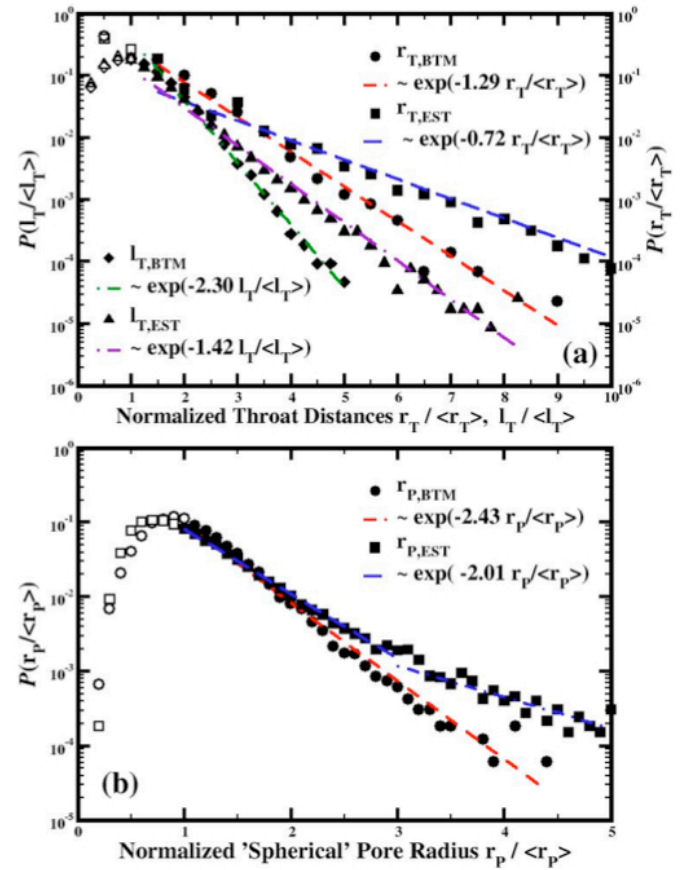


Fig. 17-Probability distribution functions of (a-right) minimum radius r_T , (a-left) hydraulic equivalent length l_T and (b) equivalent sphere radius r_p of Bentheimer Sandstone and Estailades Limestone.

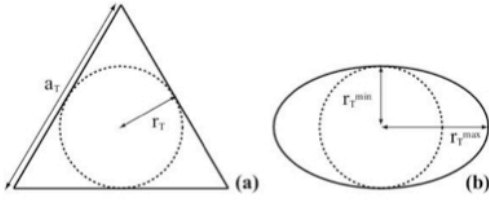


Fig.18- Cross Section of (a) equilateral triangular throat and (b) elliptic throat of minimum radius r_T .

For the Estailades Limestone, the numerical pore network has only a porosity of 10.7% far below the measured value of 27.5%; this strong discrepancy come from the fact that only part the macropores are captured by the CMT equipment even at $3\mu\text{m}$ resolution and the resolved pore space does not include the microporosity of this limestone and part of the macroporosity as highlighted on **Fig.5(b)**. The calculated permeabilities on the 1000^3 voxels volume at $3\mu\text{m}$ resolution, using circular throat model, are $k_1 = 29$ mD, $k_2 = 23$ mD and $k_3 = 28$ mD. Those values are also far below the measured permeability $k_{ax,ML} = 162$ mD. As previously stated, the use of minimum radius is certainly not appropriate. While microporous phase of Estailades Limestone should not contribute to the macrosopic permeability (micropores radii below $0.4\mu\text{m}$), the distribution of macropores radii extend below the $3\mu\text{m}$ resolution threshold; this lake of information may be critical for permeability evaluation in such rock type.

Pore Scale Compaction Laws

To introduce pore-scale compaction laws in the pore network modeling, we follow pressurized cavity models derived from the elasticity framework, described in Zimmerman (1991) and Mavko et al.(1998) books in term of volumic compressibilities and applied in previous work of Bernabe et al. (1982, 1995) on regular lattices in term of radius evolutions. Neglecting the mechanical interactions between pores and throats (approximation of dilute dispersion of cavities), the pressure dependence of the spherical pores and cylindrical throats radii, r_P^S and r_T^C , can be expressed as:

$$r_P^S = r_{P,0}^S (1 - \gamma_P^S p) \quad (9)$$

$$r_T^C = r_{T,0}^C (1 - \gamma_T^C p) \quad (10)$$

where p is the hydrostatic pressure, $\gamma_P^S = (1 + \nu)/2E$ and $\gamma_T^C = 2(1 - \nu^2)/E$ are the compaction coefficients calculated by Jaeger and Cook (1976), with E the Young's Modulus and ν the Poisson's ratio of the surrounding media. For others shapes of pores and throats, similar compaction coefficients can be obtained, as illustrated in Tab. 4 by the compressibilities calculated by Zimmerman (1991) or Mavko et al. (1998). Because, throat compressibility is derived from plane-strain elasticity, as an additional approximation, we neglect the pressure dependence of the throats length l_T . Using these compaction laws pressure dependence of pore

volume $V_p(p)$ and pore scale hydraulic conductances $g_T(p)$ can be calculated for each throat and evolutions of the network porosity $\phi(p)$ and permeability $k(p)$ can be computed using Pore Network Modeling. Following this compaction model, at pressure p , all pore and throat radii are rescaled according to the coefficients γ_P^S and γ_T^C ; consecutively, pore volumes are rescaled by a factor $(1 - \gamma_P^S p)^3 \sim (1 - 3\gamma_P^S p)$ and throats conductance are rescaled by a factor $(1 - \gamma_T^C p)^4 \sim (1 - 4\gamma_T^C p)$ in the pressure range investigated. Because all pores and throats have the same shape and the system (5) to resolve is linear, it is straightforward to see that the porosity and the permeability will also be rescaled respectively with the coefficients $\gamma_\phi \sim 3\gamma_P^S$ and $\gamma_k \sim 4\gamma_T^C$.

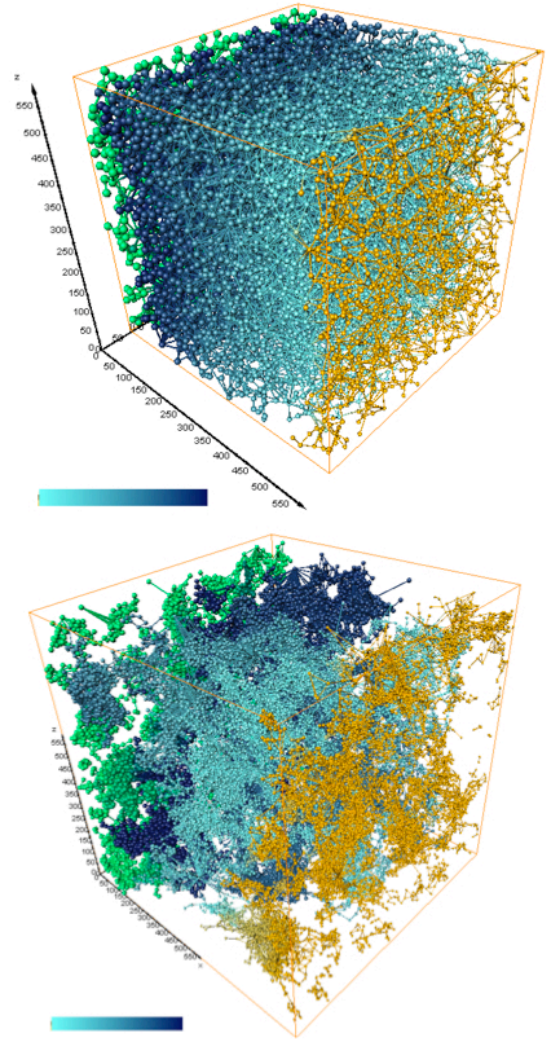


Fig. 19-Pore Network Modeling of (a) Bentheimer Sandstone and (b) Estailades Limestone; pressure gradient (blue) in the pore network from the inlet pressure (green pores) to the outlet pressure (orange pores).

8. Pore Network Simulations

Once the pore space topology has been extracted, we perform pore network simulations to calculate the hydraulic effective conductances. Briefly, we recall the main steps of the method.

Numerical Method Description

We consider a network of variable elements, i.e. a spatial distribution of nodes i , the pores, and bonds ij connecting the nodes i and j , the throats, where the conductance g_{ij} is located. When we apply a macroscopic field to the whole network, it induces a distribution of fluid pressure P_i in pores i and a flow rate q_{ij} through the throat of conductance g_{ij} :

$$\bar{q}_{ij} = -g_{ij}(P_i - P_j) \quad (4)$$

Mass conservation law is locally respected at each pore, implying $\sum_j q_{ij} = 0$, where the summation is performed on all the throats j connected to the pore i . Applied to the whole network of pores, equation (4) leads to the matrix formulation:

$$\bar{G} \cdot \bar{P} = \bar{S} \quad (5)$$

where \bar{G} is a symmetrical sparse matrix of dimension equals to the number of pores in the network. The vector \bar{P} , unknown of the problem, corresponds to the pressure in each pore and the right-hand term \bar{S} , the source vector is constrained by the pressure boundary conditions: the inlet pressure P_{IN} , the outlet pressure P_{OUT} and no flow boundary conditions elsewhere (see Fig. 19). We assume tubular Poiseuille flow where the conducting throats are represented by cylindrical pipes of radius r_T and length l_T , and the hydraulic conductance is given by:

$$g_T^C = \frac{\pi r_T^4}{8\mu l_T} \quad (6)$$

where μ is the fluid viscosity. The potential gradient $(P_{IN} - P_{OUT})$ drives the flow in the pore network and the iterative bi-conjugate gradient method is used to solve the problem (5) to get \bar{P} . It is then straightforward to calculate the total flow rate Q in the pore network by summing the contributions of each throat \bar{q}_{ij} crossing a defined plane. The effective conductance of the network is then calculated by $G_{eff} = Q/\Delta P$ and the absolute permeability of the network is then obtained by $k = G_{eff}\mu L/S$. Since we assumed Poiseuille laminar flow on the level of individual throats, their length should be much longer than their radius since the velocity profile tends to deviate from Poiseuille flow near the inlet and outlet of the throats. In the previous section we have verified that the majority of throats in the extracted Bentheimer Sandstone and Estailades Limestone networks exhibit an aspect ratio $AR_T > 2$. Therefore, the deviation from the Poiseuille velocity profil can be reasonably neglected. Furthermore, we also assume that the hydraulic resistance of the pores is negligible in comparison to the throats. From the probability distribution function of the pore-throat aspect ratio $AR_{P,T}$, we have found that the mean aspect ratio $\langle AR_{P,T} \rangle \geq 5$ for the two rock types, validating our hypothesis.

Absolute Permeabilities Calculations

We compare the permeabilities values in each direction of the extracted network to the measured permeabilities in the triaxial set-up.

For the Bentheimer Sandstone, the numerical pore network has a porosity of 24.5 % and the calculated permeabilities on the 500^3 voxels volume at $6\mu\text{m}$ resolution are $k_1 = 845\text{mD}$, $k_2 = 918\text{mD}$ and $k_3 = 847\text{mD}$. We find a small permeability anisotropy, less than 10%, compatible with the known anisotropy of this sandstone (Louis et al. 2003), but we also observe that the calculated permeabilities are about 3.5 times lower than the measured permeability in the axial direction $k_{ax,ML} = 2891\text{mD}$. This discrepancy comes from the fact that we use in our calculations the extracted minimum throat radius $r_{T,min}$. Because of the throat radius r_T appears at the power 4 in equation (6), a small error in the radius estimation compared to the effective radius will have a strong impact on the hydraulic conductance and hence on the macroscopic permeability value. It is widespread in pore network modeling to use throats of triangular cross-sections (Bekri et al. 2005, 2006), more representative of real pore space, to account for corner flow effects in multiphase condition. The hydraulic conductance of an equilateral triangular throat was calculated by Patzek et al. (2001) and rewritten:

$$g_T^T = \frac{9\sqrt{3} r_T^4}{20\mu l_T} \quad (7)$$

in term of $r_T = a_T/2\sqrt{3}$, the radius of the inscribed circle in the equilateral triangle of side a_T . Using equation (7) instead of equation (6), since $g_T^T/g_T^C \approx 2$, we get permeabilities closer to experimental values. Because, throats also exhibit preferential elongation (aspect ratio $\alpha < 1$), elliptic throat conductance has been calculated by White (1974):

$$g_T^E = \frac{\pi}{4\mu} \frac{1}{\alpha(1+\alpha^2)} \frac{r_T^4}{l_T} \quad (8)$$

leading to $g_T^E/g_T^C = 2/\alpha(1+\alpha^2) > 1$. While proper evaluation of r_T is critical, the estimation of length l_T is not so problematic.

Some authors have also studied extensively the shape-dependence of hydraulic conductance (Patzek et al. 2001, Mortensen et al. 2005). For instance, the hydraulic radius approximation $r_H = A_T/P_T$, where A_T and P_T are respectively the throat cross-sectional area and perimeter, has been investigated; distributions of r_H have been calculated on images of sandstones (Lock et al. 2002) and carbonates (Jurgawcynski et al. 2007) and used for permeability predictions. Sisavath et al. (2000) have shown that this approximation gives, on average, reasonable predictions.

While PNM is not fully essential at this stage of the modeling, except for the absolute permeability calculation of the extracted pore networks, such numerical tool will become important for evaluating effective pressure dependence when more advance pore-scale compaction model will be incorporated. Compaction coefficients could be defined individually for each pore and throat with regards to their specific geometry. The spatial orientation of pores and throats should be taken into account when modeling compaction in a non-hydrostatic stress field. Finally, effects of local mechanical interactions should also be incorporated in those coefficients.

PNM Predictions of Pressure Dependence

On **Fig. 20** and **Fig. 21**, we compare the pressure evolution of porosity and permeability measured experimentally on the Bentheimer Sandstone and the Estailades Limestone samples with the results of the Pore Network Modeling.

For the Bentheimer Sandstone, the pressure dependence of porosity in the linear regime of deformation is reasonably well captured by our modelisation. With a slope $\gamma_\phi = 3.1\text{E-}4\text{MPa}^{-1}$, the measured porosity decreases two times faster than the predicted PNM coefficient $\gamma_\phi = 1.7\text{E-}4\text{MPa}^{-1}$. With regards to the permeability, despite the discrepancy between the two axial measurements (full-length and mid-length), we observe that the permeability reduction is also captured to some extent by our modelisation. The mid-length measurement decreases with a slope $\gamma_{k,ML} = 8.2\text{E-}4\text{MPa}^{-1}$; this is in relative good agreement with our modelisation predicting a permeability reduction $\gamma_k = 7.3\text{E-}4\text{MPa}^{-1}$. The full-length measurement decreases faster in the linear range of deformation with a slope $\gamma_{k,FL} = 2.0\text{E-}3\text{MPa}^{-1}$. The fluctuations on the radial stepwise measurement are too important to define a representative trend with pressure, but the continuous measure gives $1.2\text{E-}3\text{MPa}^{-1}$.

For the Estailades Limestone, the results of the modelisation are far less satisfactory. The pressure dependence of porosity in the linear regime of deformation is also underestimated by the modelisation. The experimental reduction of porosity has a slope $\gamma_\phi = 7.2\text{E-}4\text{MPa}^{-1}$ while the predicted coefficient (for the resolved porosity) gives only $\gamma_\phi = 2.8\text{E-}4\text{MPa}^{-1}$. We have seen that all the experimental directional permeabilities of the Estailades Limestone exhibit very close pressure dependence with mean slope $\gamma_k = 8.7\text{E-}3\text{MPa}^{-1}$. It has to be compared to a much smaller predicted coefficient $\gamma_k = 1.1\text{E-}3\text{MPa}^{-1}$.

The prediction of porosity reduction for both rock types is reasonable taking into account the simplified shapes hypothesis of spherical pores and the unresolved porosity by CMT for the Estailades Limestone. Zimmerman (1985) has calculated higher compressibilities for spheroidal cavities depending on their aspect ratio (see **Tab. 4**); hence, use of spheroidal pore models and evaluation of non-sphericity of

pores from CMT could help to improve the prediction.

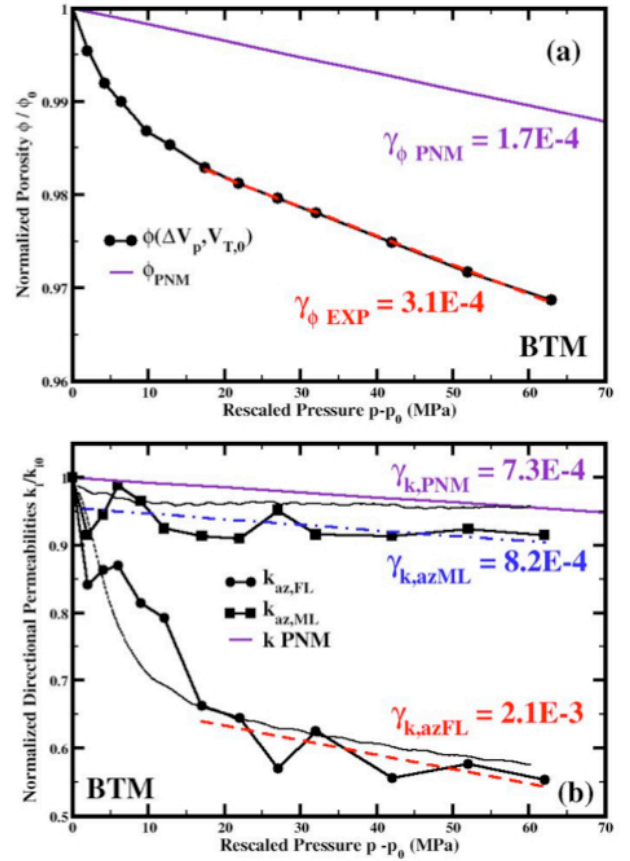


Fig. 20-PNM prediction of (a) porosity and (b) permeabilities pressure dependences of Bentheimer Sandstone compared to experimental results.

If the permeability pressure dependence prediction was reasonable for the sandstone taking into the circular throat approximation, it is very inaccurate for the Estailades Limestone. Zimmerman (1986) has also calculated higher compressibilities for various throat shapes (see **Tab. 4**); hence, evaluation of deviation from circularity could also help to improve the prediction of permeability pressure dependence. For the Estailades Limestone, the failure of the prediction in term of pressure dependence of transport property points also the question of the representativity of the extracted network. Following the methodology developed by Bauer et al. (2008), we have found that for the reconstructed volume of size 1000^3 the REV condition was not satisfied.

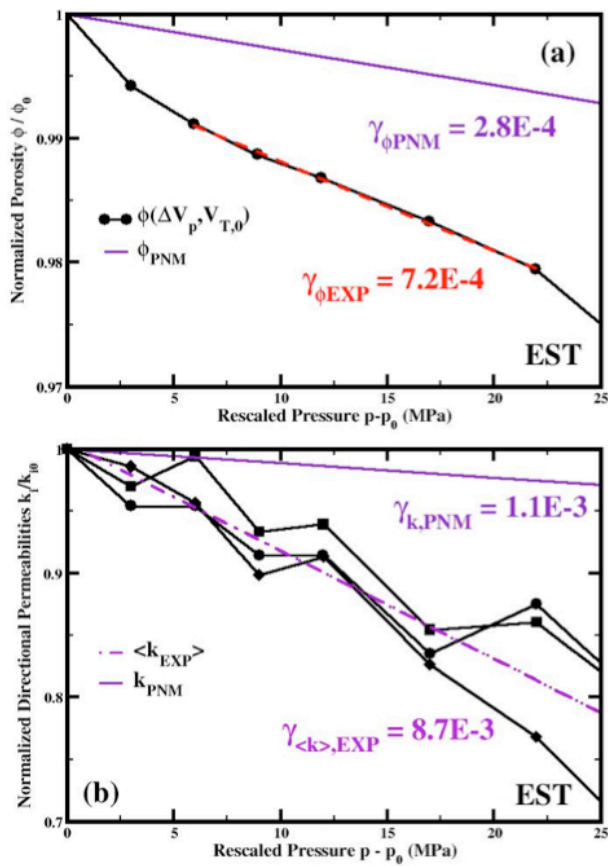






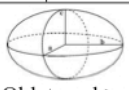




Fig. 21-PNM prediction of (a) porosity and (b) permeabilities pressure dependences of Estailades Limestone compared to experimental results.

throat shape (2D)						
C_T / C_T^C	1.	$1/2\alpha$	1.581	3.0	1.188	2.0
pore shape (3D)						
Speroid	Oblate $a=b>c$ $\alpha < 1$		Sphere $a=b=c$		Prolate $a=b<c$	
C_p / C_p^S	$\rightarrow 1/\pi\alpha$		1.		$\rightarrow 4/3$	

Tab. 4-Compilation of Zimmerman and Mavko calculations for throats (2D plane strain) and pores (3D) compressibilities normalized respectively to circle and sphere compressibilities.

9. Conclusions

In this paper, we present an integrated methodology combining petrophysical study, hydrostatic and triaxial compression experiments with directional flow measurements and pore network simulations integrating pore-scale compression laws on two very different reservoir rock types: Bentheimer sandstone (homogeneous, porous and permeable)

and Estailades Limestone (double porosity, moderately permeable).

From the hydrostatic compression experiments on the Bentheimer Sandstone, we learnt that end-effects can dramatically affect the permeabilities measurements leading to improper pressure dependence characterization. We have also shown, that it is feasible to determine 'simultaneously' both axial and radial permeability pressure dependency during a single hydrostatic compression experiment not only in the elastic regime of deformation, but also after the critical pressure corresponding either to shear localization or pore collapse depending the post-yield deformation regime.

With regards to the CMT, the pore network extraction methodology developed at IFP (Youssef et al. 2007) has been applied to both rock types. Pore network simulations have been performed to calculate the effective transport properties. We included simple compaction laws for the network characteristic lengths, pore and throat radii, to simulate the mechanical effects of a hydrostatic stress on porosity and permeability in the linear elastic regime of deformation. For the Bentheimer Sandstone, the model responses, in term of porosity and permeability reduction, are stiffer than the experimental response. This underestimation of pressure dependence is far more pronounced for the Estailades Limestone. We conclude that for simple microstructure, as sandstone, when the total pore volume is well resolved by the CMT-scan, our methodology with its simple mechanical model gives reasonable results. Improvement of the prediction could be achieved in the scope of Zimmerman work on the compressibilities of pores and throats of more representative shapes. For more complex microstructure with unreasoned pore volume, our methodology fails at this stage. In future work, more complex pressure dependence laws will be developed and used to take into account the effects of complex pore and throat geometries and the mechanical interactions, neglected in the present approach.

10. Acknowledgements

We are grateful to J. Guelard for technical assistance with the directionnal flow triaxial set-up at I.F.P. We also thank S. Chanchole at L.M.S. and ErgoTech staff for co-development and fabrication of the triaxial cell. We thank G. Chauveteau and E. Bemer at I.F.P., A. Dimanov and J. Raphanel at L.M.S., for stimulating discussions while conducting this work.

11. References

- Baas J.H., Hailwood E.A., McCaffrey W.D., Kay M., Jones R. 2007. Directional petrological characterisation of deep-marine sandstones using grain fabric and permeability anisotropy: Methodologies, theory, application and suggestions for integration. *Earth Sci. Rev.*, **82**: 101-142.
- Bai M., Meng F., Roegiers J.C., Green S. 2002. Improved determination of stress-dependent permeability for anisotropic formations. *SPE/ ISRM*, **78188**.

- Bauer D., Talon L. and Ehrlicher A. 2008 (Accepted). Computation of the equivalent macroscopic permeability tensor of discrete networks with heterogeneous segment length. *ASCE J. Hyd. Eng.*
- Bekri S., Laroche C., Vizika O. 2005. Pore network models to calculate transport and electrical properties of single or dual-porosity rocks. *Symp. Society of Core Analysts*.
- Benson P.M., Meredith P.G., Platzman E. S., White R.E 2005. Pore fabric shape anisotropy in porous sandstones and its relation to elastic wave velocity and permeability anisotropy under hydrostatic pressure. *Int. J. Rock. Mech. Min. Sci.*, **42**: 890-899.
- Bernabe Y., Brace W.F., Evans B. 1982. Permeability, porosity and pore geometry of hot-pressed calcite. *Mech. Mat.*, **1**: 173-183.
- Bernabe Y. 1995. The transport properties of networks of cracks and pores. *J. Geophys. Res.*, **100**: 4231-4242.
- Bouteca M., Sarda J. P., Vincke O. 2000. Constitutive Law for Permeability Evolution of Sandstones During Depletion. *SPE*, **58717**.
- Brace, W. F., Walsh J. B. and Frangos W. T. 1968. Permeability of granite under high pressure. *J. Geophys. Res.* **70**: 5669-5678.
- Collins R.E. 1961. Flow of fluids through porous materials. Reinhold Publishing Co., New York.
- Dautriat J., Gland N., Dimanov A., Raphanel J. 2008 (Submitted). Axial and Radial Permeability Evolutions of Compressed Sandstones: End Effects and Shear Band Induced Permeability Anisotropy. *Pure Appl. Geophys.*
- David, C., Wong, T.F., Zhu, W., Zhang, J. 1994. Laboratory measurements of compaction induced permeability change in porous rock: implications for the generation and maintenance of pore pressure excess in the crust. *Pure Appl. Geophys.* **143**: 425-456.
- Fortin J., Schubnel A., Gueguen Y. 2005. Elastic wave velocities and permeability evolution during compaction of Bleurswiller sandstone. *Int. J. Rock Mech. Min. Sci.*, **42**: 873-889.
- Gray, D.H., Fatt, I. and Bergamini, G. 1992. The effect of stress on permeability of sandstone cores. *SPE J.*: 95-100.
- Han M., Fleury M., Levitz P. 2007. Effect of the pore structure on resistivity index curves. *Symp. Society of Core Analysts*.
- Heiland J., 2003. Permeability of Triaxially Compressed Sandstones Influence of Deformation and Strain-rate on Permeability, *Pure and Appl. Geophys.* **160**: 889-908.
- Holt, R.M. 1990. Permeability reduction induced by a non-hydrostatic stress field. *SPE Formation Evaluation* : 444-448.
- Jaeger J.C., Cook N.G.W. 1976. Fundamentals of Rock Mechanics, 2nd Ed. Chapman and Hall, New York.
- Jurgawczynski M., Lock P.A., Jing X.D., R.W. Zimmerman 2007. Permeability predictions based on Two-Dimensional Pore Space Images. *SPE ACTE*, **110472**.
- Keaney G.M.J., Meredith P.G., Murrel S.A.F. 1998. Laboratory Study of Permeability Evolution in a Tight Sandstone under Non-hydrostatic Stress Conditions, *SPE* **47265**.
- Klein E., Baud P., Reuschle T., Wong T.F. 2001. Mechanical behaviour and failure mode of bentheim sandstone under triaxial compression. *Phys. Chem. Earth A*, **26**: 21-25
- Kornes R. I., Risnes R., Faldaas I., Norland T 2006. End effects on stress dependent permeability measurements. *Tectonophys.* **426**: 239-251.
- Le Guen Y., Renard F., Hellmann R., Collombet M., Tisserand D., Brosse E., Gratier, J.-P. 2007. Enhanced deformation of limestone and sandstone in the presence of a high pCO₂ fluids. *J. of Geophys. Res.*, **112**: .
- Lindquist, W. B., Venkatarangan A., Dunsmuir J., Wong T.F. 2000. Pore and throat size distributions measured from synchrotron X-ray tomographic images of Fontainebleau sandstones. *J. Geophys. Res.*, **105**: 509-528.
- Lock P.A., Jing X.D., Zimmerman R.W., Schlueter E.M., 2002. Predicting the permeability of sandstone from image analysis of pore structure. *J. Appl. Phys.*, **92**: 6311-6319.
- Louis L., Robion P., David C. 2004. A single method for the inversion of anisotropic data sets with application to structural studies. *J. Struct. Geol.*, **26**: 2065-2072.
- Louis L., David C., Robion P. 2003. Comparison of the anisotropic behaviour of undeformed sandstones under dry and saturated conditions. *Tectonophys.*, **370**: 193-212.
- Mavko G., Mukerji T., Dvorkin J. 1998. The Rock Physics Handbook, Cambridge University Press.
- Morita, N., Gray K., Srouji F.A.A. and Jogi P.N. 1984. Rock property changes during reservoir compaction. *SPE/AIME* **13099**.
- Mortensen N.A., Okkels F., Bruus H. 2005. Reexamination of Hagen-Poiseuille Flow: Shape-dependence of the hydraulic resistance in microchannels. *Phys. Rev. E*, **71**: 057301.
- Patzek T.W., Silin D.B. 2001. Shape Factor and Hydraulic Conductance in Noncircular Capillaries. *J. Coll. Interf. Sci.*, **236**: 295-304.
- Rhett, D.W., Teufel, L.W. 1992. Stress path dependence of matrix permeability of North Sea sandstone reservoir rock. *Rock Mechanics*, Balkema Rotterdam: 345-353.
- Schutjens, P. M. T. M. and De Ruig, H. 1997. The influence of stress path on compressibility and permeability of an overpressured reservoir sandstone: some experimental data. *Phys. Chem. Earth* **22** : 97-103.
- Sisavath S., Jing X.D., Zimmerman R.W. 2000. Effect of Stress on the Hydraulic Conductivity of Rock Pores. *Phys. Chem. Earth (A)*, **25**: 163-168.
- Sulem J., Ouffroukh H. 2005. Hydromechanical behaviour of Fontainebleau sandstone. *Rock Mech. Rock Eng.*, **39**: 185-213.
- Vizika O., Youssef S., Gland N., Rosenberg E., Kenter J., Skalinski M. 2007. High Resolution CT and Pore-Network Models to Assess Petrophysical Properties of Homogeneous and Heterogeneous Carbonates. *SPE/EAGE*.
- White F. M. 1974. Viscous Fluid Flow, McGraw-Hill, New York.
- Wong, T. F., David C., Zhu W. 1997. The transition from brittle faulting to cataclastic flow in porous sandstones: Mechanical deformation, *J. Geophys. Res.*, **102**: 3009-3026.
- Youssef S., Rosenberg E., Gland N., Bekri S., Vizika O. 2007. Quantitative 3D characterisation of the pore space of real rocks: improved μ -CT resolution and pore extraction methodology. *Symp. Society of Core Analysts*.
- Zimmerman R.W. 1985. Compressibility of an Isolated Spheroidal Cavity in an Isotropic Elastic Medium. *J. Appl. Mech. Trans. AMSE*, **52**: 606-608.
- Zimmerman R.W. 1986. Compressibility of Two-Dimensional Cavities of Various Shapes. *J. Appl. Mech. Trans. AMSE*, **53**: 500-504.
- Zimmerman R.W. 1991. Compressibility of Sandstones, *Developments in Petroleum Science*, **29**, Elsevier Science Publishers B.V.

Zhang, J., Wong, T.F. and Davis, D.M. 1990. Micromechanics of pressure-induced grain crushing in porous rocks. *J. Geophys. Res.*, **95**: 341-352.

Zhu, W. and Wong, T.F. 1997. The transition from brittle faulting to cataclastic flow: Permeability evolution. *J. Geophys. Res.*, **102**: 3027-3041.

Zhu W., Montesi L. G. J., Wong T. F. 1997 "Shear Enhanced Compaction and Permeability Reduction: Triaxial Extension Tests on Porous Sandstone. *Mech. Mat.*, **25**, 199-214.

12. Nomenclature

$k_{az,FL}$ = full length axial permeability, mD

$k_{az,ML}$ = middle length axial permeability, mD

k_{rxy} = radial permeability, mD

13. SI Metric Conversion Factors

[Length]	in. × 2.54*	E-01	= mm
[Length]	in. × 2.54*	E-04	= μm
[Area]	ft ² × 9.290304	E-02	= m ²
[Volume]	in. ³ × 6.102347	E-02	= cm ³
[Pressure, Stress]	psi × 6.894757	E-03	= MPa
[Compressibility]	psi × 6.894757	E-06	= GPa
[Temperature]	°F (°F-32)/1.8		= °C

14. Authors

Jérémie Dautriat is a Ph.D student in Petrophysics and Geomechanics at IFP and Ecole Polytechnique under the supervision of N. Gland and A.Dimanov / J. Raphanel. He holds a MS degree in Geosciences at ENS - University Paris VII. He will defend his Ph.D thesis at the end of the year on the subject "Stress dependent directional permeabilities of reservoir rocks".

Nicolas Gland works as research engineer in the Petrophysics Department at IFP since 2005 on topics related to stress-dependent petrophysical properties and unconsolidated granular matter. He holds a MS degree in Fluid Physics at University Paris VI, a Ph.D degree in Geosciences at ENS - University Paris XI and performed a postdoctoral stay at Levich Institute of CCNY-CUNY.

Souhail Youssef is a reservoir engineer at IFP. His scientific interests are focused on rock morphology characterization and multiphase flow simulation. After graduating with a Ph.D in Material Science in 2004, he worked as an associate scientist at INSA Lyon for different companies (Cryospace, Plasticomnium) on the relationship between microstructure and macroscopic behavior of porous media. In 2006 he joins the petrophysics department of IFP where he's in charge of the 3D X-Ray image analyses.

Elisabeth Rosenberg is a senior scientist at IFP. She got a Ph.D thesis in 1984 in Petroleum Science and Technology from University PMC Paris VI and ENSPM. She has scientific and technical expertise in characterization of divide materials

She has joined the Reservoir Engineering Division of IFP in 2003 and is specialized in Pore Network Characterization and Modelling with a special interest in X-Ray tomography, X-Ray μ-tomography and image analysis applied to petrophysics and multiphase transport simulations.

Samir Bekri works as research engineer in the Petrophysics Department at IFP on topics related to pore-scale network modeling to calculate petrophysical properties and special core analysis studies. He holds an Engineer degree in Fluid Mechanics at ENP-Algeria, a Ph.D degree in Heat and Mass Transfer at ECP-Paris and performed a postdoctoral stay at IPGP-Paris.

Olga Vizika-Kavvadias is a chemical engineer and holds a PhD in fluid mechanics in porous media from the University of Patras in Greece. After 2 years at the University of Princeton, she joined IFP in 1990 as a research engineer within the Reservoir Engineering division where her studies focused on the physical modeling of gas injection. In 1996 she was appointed "Field development processes" project leader then "Modeling of multiphase flows in complex porous media" project leader. Since December 2001, she had been head of the Petrophysics Department. Since October 2006, she is the Director of the Reservoir Engineering Division.

CHAPITRE 6

Apport des mesures de champs par corrélation d'images.

Le Laboratoire de Mécanique des Solides est aujourd'hui à la pointe des techniques de mesures de champs par corrélation d'images. Cette technique, dont nous présenterons les principes, permet un suivi de l'évolution des champs de déformation d'un échantillon sous sollicitations mécaniques. L'intérêt de cette technique résulte de son applicabilité à différentes échelles. Elle peut être appréhendée par la réalisation d'essais sur échantillon macroscopique avec un suivi optique simultané aux échelles macroscopique et microscopique, mais également sur des échantillons centimétriques sollicités dans la chambre d'un MEB.

L'objectif affiché par cette étude est de rendre compte des effets d'échelles et d'hétérogénéités, mis en évidence par l'analyse structurale de nos matériaux avant et après sollicitations mécaniques triaxiales, sur d'éventuels mécanismes de localisation, mais également de pouvoir identifier les précurseurs de l'endommagement observé macroscopiquement.

La technique de corrélation utilisée dans cette étude est bien adaptée aux matériaux présentant des taux de déformation en compression uniaxiale importants. Il est donc nécessaire de vérifier son applicabilité dans le cas de nos géomatériaux peu déformables. En ce sens, la quantification des incertitudes liées à cette technique est une condition nécessaire pour vérifier la validité des mesures. En comparaison aux études précédentes s'appuyant sur des outils optiques et de microscopie d'ancienne génération Il apparaît que l'acquisition d'image, et par conséquent la corrélation est fortement améliorée. Nous vérifions ainsi la pertinence de la mise en œuvre de cette technique sur nos matériaux. Nous présentons dans ce chapitre les résultats obtenus aux différentes échelles d'observations sur le grès de Bentheim et le carbonate d'Estailades.

SOMMAIRE

6.1. Introduction	193
6.2. Principes de la corrélation d'images numériques	195
6.2.1. Mesure du champ de déplacements	195
6.2.2. Calcul du champ de déformation	197
6.2.3. Importance du marquage des surfaces	199
6.3. Essais mécaniques mis en œuvre	200
6.3.1. Essais Macroscopiques couplés à l'acquisition d'images	200
6.3.2. Essai in situ sous Microscope Electronique à Balayage	203
6.4. Evaluation des incertitudes de mesures	208
6.4.1. Origines des incertitudes	208
6.4.2. Incertitudes liées au traitement d'images acquises lors d'essais macroscopiques	210
6.4.3. Incertitudes liées au traitement d'images acquises sous MEB.	213
6.5. Effets d'échelles et mécanismes de déformation du carbonate	216
6.5.1. Réponse mécanique des échantillons macroscopiques	216
6.5.2. Mécanismes de déformation à l'échelle de la microstructure	224
6.5.3. Apport de l'observation in-situ à la compréhension du comportement hydromécanique sous chargement triaxial.	231
6.6. Comportement mécanique du grès de Bentheim	233
6.6.1. Réponse mécanique de l'échantillon macroscopique	233
6.6.2. Réponse mécanique à l'échelle microscopique	236
6.6.3. Impact sur les mécanismes à la rupture	238
6.7. Synthèses de l'étude	239
6.7.1. Quelques conclusions	239
6.7.2. Et de nombreuses perspectives	241

6.1. Introduction

Le développement des techniques de corrélation d'images 2D a débuté au début des années 1980, dans les domaines de la mécanique des solides et des fluides (Chu et al., 1985). Leur domaine d'application s'étend aujourd'hui à une grande classe de matériaux (métaux et alliages, céramiques, composites, polymères, géomatériaux, milieux granulaires...) soumis à différents types de chargements mécaniques ou d'interactions physico-chimiques avec leur environnement, en utilisant différentes techniques d'imagerie. On distingue deux types de corrélation d'images, celles en surface (2D) et celles en volume (3D). L'acquisition d'images en surface d'échantillon est réalisée au moyen de caméras macroscopiques (Adam et al., 2005), de microscopes optiques (Schreier et al., 2004), et de microscopes électroniques à balayage (Doumalin et al., 1999). La corrélation d'images en 3D est elle basée sur des volumes reconstruits à partir des techniques d'imagerie tomographique (Bay et al., 1999), ou microtomographique (Maire et al., 2008) aux rayons X.

A notre connaissance, les techniques d'extensiométrie par mesure de champs ont été peu mises en œuvre sur des géomatériaux et elles se limitent généralement à une caractérisation des mécanismes de déformation à l'échelle mésoscopique. Le plus fréquemment les études faisant appel à la corrélation d'images portent sur la caractérisation de la localisation sur des matériaux non consolidés (Adam et al., 2005 ; Gudehus and Nübel, 2004; Bhandari and Inoue, 2005). On trouve également des travaux récents sur des argilites. Par corrélation 3D réalisée sur des volumes reconstruits à partir d'imagerie microtomographique, Lenoir et al. (2007) caractérisent l'initiation et le développement de bandes de cisaillement au cours d'essais triaxiaux réalisés sous faisceau RX synchrotron. D'autre part, Valès et al. (2007) ont mis en évidence l'impact de la microstructure, notamment des microfissures, et l'influence de l'environnement, en particulier l'état hydrique, sur la localisation de la déformation au cours d'essais uniaxiaux. Louis et al. (2007) ont appliqué une technique de corrélation sur des coupes obtenues en tomographie RX, avant et après essais triaxiaux, afin de caractériser les mécanismes à l'origine des bandes de compaction sur le grès de Rothbach ; cette étude est toutefois réalisée après essai et ne permet donc pas de rendre compte d'une chronologie de mise en place des événements de localisation en cours de chargement.

Dans le cadre de notre étude, nous avons réalisé une série d'essais de compression uniaxiale, in-situ, couplés à des mesures de champs par corrélation d'images sur le grès de Bentheim et le carbonate d'Estailades. Les mesures de champs sont effectuées à différentes échelles. Une partie de l'étude a été réalisée sur le dispositif expérimental utilisé par Valès et al. (2007), dispositif permettant de mesurer sur la surface d'échantillons macroscopiques l'évolution du champ de déformation aux échelles macroscopique et mésoscopique. Par ailleurs, des mesures de champs ont également été réalisées sur la surface d'échantillons sollicités mécaniquement dans la chambre du MEB, afin

d'identifier les micromécanismes de déformation mis en jeu. Cette étude vise en particulier à améliorer la compréhension des mécanismes responsables de l'évolution de la perméabilité en cours de chargement que nous avons observé en cours de chargement lors de la campagne expérimentale sur les grès et les carbonates présentée et discutée dans les chapitres 3 et 4.

Le grès de Bentheim, qui se caractérise par une bonne homogénéité microstructurale et une porosité importante, ne présente pas de fortes évolutions de perméabilité sous chargement uniaxial. Néanmoins, la dilatace des échantillons peut induire une légère augmentation de perméabilité avant le pic de contrainte. Cette augmentation, généralement attribuée à la propagation de microfissures dans le matériau, semble indépendante de la direction de mesure, ce qui pourrait suggérer une mise en place de la microfissuration de façon homogène au sein de l'échantillon. Il s'agit donc de caractériser plus finement les étapes d'endommagement et les orientations de propagation des microfissures liées à la dilatace de ce type de grès sous sollicitation uniaxiale.

Le carbonate d'Estailades présente lui des hétérogénéités de microstructure, qui induisent des fluctuations locales de densité, et ce à différentes échelles. Nous avons aussi mis en évidence l'effet de ces hétérogénéités sur ses propriétés hydromécaniques. Il apparaît que celles-ci déterminent les micromécanismes d'endommagement, la propagation de fissuration mise en jeu lors de la rupture, ainsi que les valeurs des perméabilités directionnelles et des compressibilités. En premier lieu, il s'agit donc de corréler l'évolution des champs de déformation avec la présence de ces hétérogénéités mésoscopiques et microscopiques. Dans des conditions proches des conditions de chargement uniaxial, l'endommagement dilatant de l'échantillon induit une évolution différente des perméabilités directionnelles, avec une diminution dans la direction axiale et une augmentation dans la direction transverse. D'après les mesures de perméabilité, contrairement au grès, l'endommagement semble se mettre en place de façon anisotrope, avec une ouverture préférentielle de microfissures perpendiculairement la direction de la contrainte principale. Cette interprétation des données macroscopiques devrait aussi trouver des justifications dans les mesures de champs locaux et l'identification des mécanismes.

Enfin, sur la base de l'analyse post-mortem de microstructures, présentée dans la section 4.8, nous avons conclu que la fissuration intragranulaire affectait essentiellement les agrégats les plus denses. Cependant, les informations sur les mécanismes d'endommagement en régime fragile étaient limitées, en raison des difficultés d'échantillonnage au voisinage de la fracture. Cette étude a donc également pour objectif de renforcer les conclusions préliminaires de l'analyse post-mortem, en apportant des informations complémentaires sur les micromécanismes de déformations en régime fragile de ce matériau.

Si la technique de corrélation d'images utilisée dans cette étude est particulièrement bien adaptée aux matériaux fortement déformables, son application aux matériaux géologiques reste délicate. Jusqu'à présent, cette technique n'a jamais été mise en œuvre sur nos types de matériaux. En effet, les

taux de déformations axiales enregistrés avant la rupture de nos échantillons n'excèdent pas le demi pourcent, et sont par conséquent considérablement inférieurs à ceux observés par Valès et al. (2007) sur les argilites (~2%). Par conséquent, des localisations marquées de la déformation au sein des matériaux étudiés sont nécessaires pour pouvoir exploiter de façon satisfaisante les cartographies de déformations obtenues. Nous avons toutefois disposé pour cette étude d'outils d'observation de haute résolution (caméra optique et MEB), qui permettent d'améliorer significativement la qualité du traitement d'images.

6.2.Principes de la corrélation d'images numériques

La corrélation d'images numériques est une technique de mesure optique, sans contact. Cette technique permet d'accéder aux champs de déplacements et de déformations d'un matériau sous sollicitation mécanique, et est adaptable à différentes échelles d'observation. Elle consiste à comparer des images numériques acquises entre un état non déformé (dit de référence) et différentes étapes de déformation de la structure au cours de la sollicitation. Cette analyse se fait en deux étapes. La première consiste à mesurer, à chaque étape de la déformation, les champs de déplacement de points repérés sur l'image de référence. La seconde vise à déterminer le champ de déformation associé à ce champ de déplacement.

6.2.1. Mesure du champ de déplacements

La première étape du traitement consiste à définir un ensemble de points, en général régulièrement réparti selon une grille, sur l'image de référence. A chaque point de la grille est associé un domaine de corrélation, dont la taille va être choisie en fonction du contraste local sur l'image. La méthode repose alors sur la recherche d'un domaine sur l'image déformée le plus semblable à celui sur l'image de référence. Cette ressemblance est quantifiée par un coefficient de corrélation C que l'on va chercher à minimiser ou maximiser en fonction de son expression. Le coefficient C , selon la formulation retenue par Doumalin (2000), est un nombre variant entre 0 (similitude parfaite) et 2 (inversion de contraste parfaite), dont la minimisation permet de trouver le domaine dans l'image déformée homologue du domaine dans la configuration de référence.

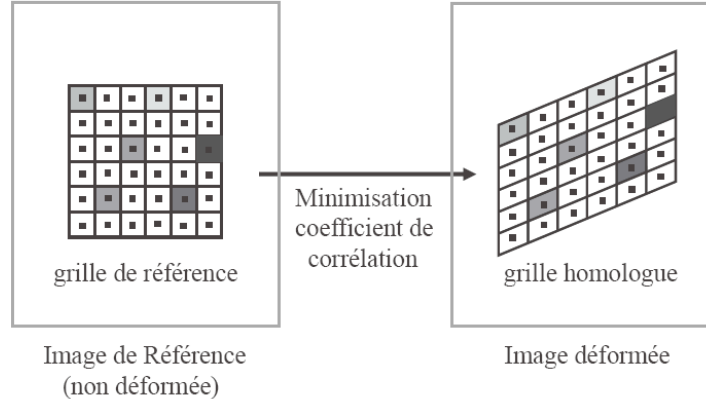


Figure 6.1 : Principe de la méthode de corrélation d'images

La transformation mécanique $\underline{\Phi}$ correspondant à la déformation du matériau s'exprime par :

$$\underline{x}_i = \underline{\Phi}(\underline{X}_i), \quad (6.1)$$

où \underline{x}_i et \underline{X}_i sont respectivement les coordonnées en pixels d'un point dans l'image de référence et de son homologue dans l'image déformée.

Les images de référence et déformée sont caractérisées en tout point par leur niveaux de gris, exprimé respectivement par les fonctions f et g . Dans le cas d'une conservation du flot optique entre les deux images, on a :

$$g(\underline{\Phi}(\underline{X}_i)) = f(\underline{X}_i). \quad (6.2)$$

Cette condition est cependant rarement vérifiée et l'équation précédente s'écrit en règle générale :

$$g(\underline{\Phi}(\underline{X}_i)) = a \cdot f(\underline{X}_i) + b + g', \quad (6.3)$$

avec a et b , les évolutions du contraste et de la brillance respectivement et g' , le bruit pouvant avoir des origines diverses

La transformation $\underline{\Phi}$ étant inconnue, la procédure vise à déterminer une approximation $\underline{\Phi}_0$ de $\underline{\Phi}$ qui minimise une fonction de corrélation. Cette transformation est supposée être une simple translation, éventuellement couplée à une rotation, et une déformation homogène, dont le gradient est égal au gradient macroscopique (convention retenue dans le logiciel CorrelManuv utilisé dans cette étude) ou au gradient local. Sous une formulation de type produit scalaire, l'expression de la fonction de corrélation (Doumalin, 2000) est la suivante :

$$C(\underline{\Phi}_0) = 1 - \frac{\sum_{i \in D} f(\underline{X}_i) \cdot g(\underline{x}_i)}{\sqrt{\sum_{i \in D} (f(\underline{X}_i))^2} \cdot \sqrt{\sum_{i \in D} (g(\underline{x}_i))^2}}, \quad (6.4)$$

Avec $f(\underline{X})$ et $g(\underline{x})$ les niveaux de gris respectifs du point i de l'image référence et de l'image déformée, associée par la transformation Φ_0 , D étant le domaine de corrélation associé au point i considéré.

Nous l'avons vu, l'instabilité des outils optiques peut induire des fluctuations de brillance et de contraste entre l'état de référence et l'état déformé (équation 6.3). Le coefficient de corrélation utilisé dans le programme *CorrelManuV*, développé au LMS, est insensible aux variations globales de brillance et de luminosité sur le domaine de corrélation, et par conséquent ne conserve que le contraste local entre les deux configurations. Il s'exprime alors par:

$$C(\Phi_0) = 1 - \frac{\sum_{i \in D} (f(\underline{X}_i) - \bar{f}_D) \cdot (g(\underline{x}_i) - \bar{g}_D)}{\sqrt{\sum_{i \in D} (f(\underline{X}_i) - \bar{f}_D)^2} \sqrt{\sum_{i \in D} (g(\underline{x}_i) - \bar{g}_D)^2}}, \quad (6.5)$$

où \bar{f}_D est la moyenne de niveaux de gris sur le domaine D et \bar{g}_D la moyenne des niveaux de gris sur le domaine D transporté par Φ_0 .

L'hypothèse de conservation du contraste local entre l'image de référence et l'image déformée doit donc être vérifiée lors de l'acquisition de celles-ci.

La minimisation de ce coefficient permet la détermination des déplacements au pixel près. Par interpolation des niveaux de gris du domaine de l'image déformée, une recherche au niveau sub-pixel permet l'optimisation de la valeur des déplacements à une fraction de pixel. En règle générale, l'algorithme d'optimisation sub-pixel repose sur une interpolation bilinéaire ou bicubique des niveaux de gris sur chaque domaine de la grille. Lorsque la position des points centraux des domaines homologues est déterminée en termes de coordonnées, il est possible de déterminer le champ de déplacement \underline{u} des points dans le plan d'observation:

$$\underline{u}(\underline{X}_i) = \underline{x}_i - \underline{X}_i. \quad (6.6)$$

6.2.2. Calcul du champ de déformation

Une fois le champ local de déplacement (décrit par l'équation (6.6)) calculé en tout point de la grille, les déformations locales peuvent être déterminées. En un point donné, la déformation est obtenue par le calcul de la moyenne des gradients de transformation $\underline{\underline{F}}$ affectant un domaine délimité par les points voisins.

$$\underline{\underline{F}}(\underline{X}) = \left\langle \frac{\partial \underline{\Phi}}{\partial \underline{X}} \right\rangle, \quad (6.7)$$

où $\underline{\Phi}$ n'est connue qu'aux points de corrélation. Pour plus de détail sur le calcul de cette transformation, le lecteur pourra se référer à Allais et al. (1994) et Bornert (1996).

Cette moyenne \underline{F} est obtenue par intégration sur le contour du domaine considéré, sous une hypothèse de linéarité de déplacement entre points voisins. Les quatre schémas d'intégration présentés dans la figure 6.2 peuvent être utilisés pour le calcul de cette intégrale.

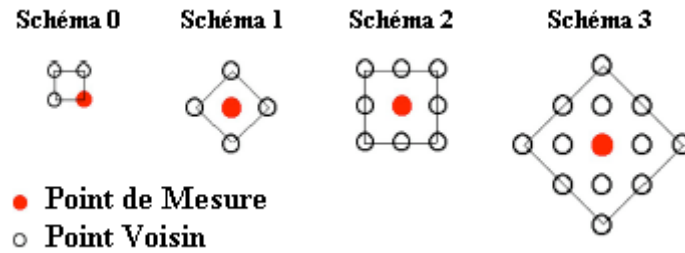


Figure 6.2 : Schémas d'intégration possibles pour le calcul des déformations. (Bornert, 1996)

Le choix du schéma définit la base de mesure et sera fonction de la précision recherchée. Plus cette base de mesure est large, plus le nombre de points de mesure se répartit sur une zone large, ce qui permet de moyenner les fluctuations locales. La déformation calculée est alors plus précise, mais l'information moins locale. Un compromis doit être alors trouvé entre information quantitative sur les taux de déformations et information qualitative sur la localisation de ces déformations.

Cette technique de corrélation ne permet donc la détermination du champ de déformation que dans le plan d'observation, et n'apporte pas d'informations sur la composante *hors plan* (normale au plan de l'image). Néanmoins celle-ci peut-être évaluée, en supposant une déformation axisymétrique, isochore ou plane et une déformation constante dans cette troisième direction. Le tenseur de déformation de Green-Lagrange peut alors être déterminé et peut s'écrire sous sa forme linéarisée:

$$\underline{\varepsilon} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & 0 \\ \varepsilon_{21} & \varepsilon_{22} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33} \end{pmatrix} \quad (6.8)$$

Le programme *CorrelManuV* permet le calcul des déformations moyennes par l'intégrale de contour sur l'ensemble de la grille. Il est également possible de définir plusieurs phases dans la zone d'étude, la déformation moyenne ne sera alors calculée que sur le contour décrit par la phase d'intérêt.

Lorsque le champ de déformation est calculé, il est possible de le représenter sous la forme d'une carte de déformation, superposée à la microstructure. En chaque point de la grille, la composante de déformation étudiée est symbolisée par une croix caractérisée par une couleur, fonction de sa valeur

calculée au voisinage du point. Les déformations équivalentes de von Mises, caractérisant la distorsion dans le plan, peuvent également être représentées. Dans ce cas, la couleur est associée à l'intensité de la déformation équivalente, et la direction du grand axe indique la première direction propre de la déformation locale.

6.2.3. Importance du marquage des surfaces

Pour garantir un appariement correct des domaines de corrélation entre les différentes configurations, il est nécessaire que le contraste soit suffisamment bien marqué. La technique couramment employée pour la corrélation d'images acquises sous MEB, consiste à imprimer, à partir d'un dépôt métallique à la surface de l'échantillon, une microgrille par micro-électrolithographie. La détermination des champs de déplacements se base alors sur le suivi des points d'intersection de cette microgrille. Dans le cas des échantillons de carbonate d'Estailades testé sous MEB, le contraste naturel des matériaux suffit à la corrélation. Celui-ci est assuré par les différentes phases en présence. Les grains de calcite dans les différents agrégats constituent d'excellents marqueurs. Pour le grès, le contraste naturel est moins marqué car il repose sur le relief induit dans les zones poreuses. Les grains ne présentent que très peu d'irrégularités pouvant servir de marqueur. Par conséquent, l'appariement de domaines situés au sein d'un même grain de quartz est impossible en raison de la très faible variation du niveau de gris. Une illustration des différences de marquage naturel observables au MEB entre les deux échantillons est exposée dans la figure 6.3.

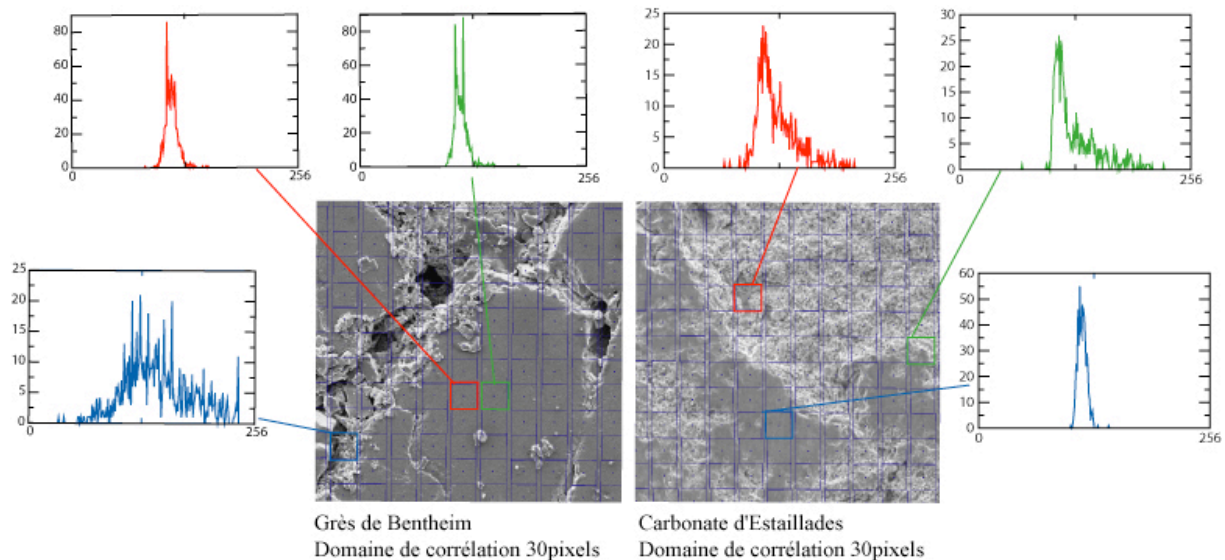


Figure 6.3 : Distribution des niveaux de gris pour différents domaines de corrélation sur des images acquises sous MEB du grès de Bentheim et du carbonate d'Estailades (les images sont acquises à grossissement 40 et 80).

Pour les essais sur échantillons macroscopiques, il est possible de faire un mouchetis de peinture à la surface de l'échantillon. Ce mouchetis peut être appliqué à la bombe aérosol ou à l'aérographe. La taille des gouttelettes de peinture déposée est fonction de la résolution spatiale que l'on souhaite atteindre pour le calcul des déformations et par conséquent doit rester plus petite que la taille de la base de mesure. Nous avons appliqué un mouchetis de peinture noire à la surface des échantillons macroscopique (voir figure 6.4). L'application d'un mouchetis de peinture blanche, supplémentaire peut encore améliorer le contraste local. La taille des gouttes varie de la dizaine à la centaine de microns et reste satisfaisante devant la résolution des appareils optiques (une tache ne couvre une zone que de quelques pixels).

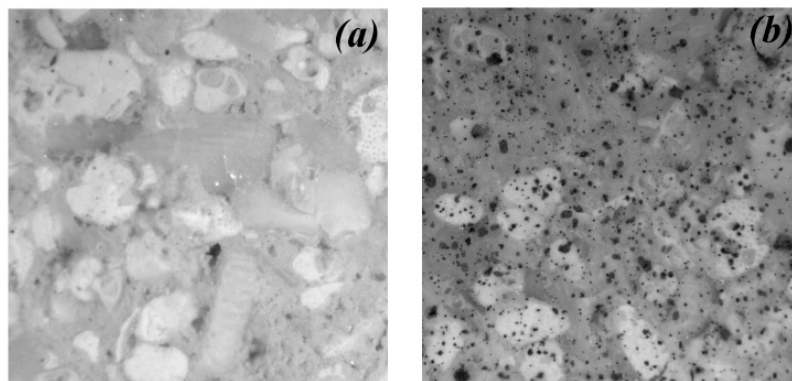


Figure 6.4 : Illustration de l'amélioration du contraste local par le dépôt d'un mouchetis de peinture en surface d'un échantillon de carbonate : (a) Surface d'observation sur la surface nue de l'échantillon (b) après le dépôt du mouchetis. Ces images correspondent à des zooms de zones de $2mm$ de côté sur les images obtenues par microscopie optique (détaillée dans la section suivante).

6.3. Essais mécaniques mis en œuvre

6.3.1. Essais Macroscopiques couplés à l'acquisition d'images

On entend par essais macroscopiques, des essais réalisés sur des échantillons de taille pluricentimétrique, par opposition aux essais réalisés dans la chambre du Microscope Électronique à Balayage, sur des échantillons de taille centimétrique. Ces essais sont conduits sur une machine uniaxiale classique pilotée en déplacement. Celui-ci est enregistré par un capteur LVDT, et la charge appliquée sur l'échantillon est mesurée par un capteur de force placé sur le piston.

a) Matériel Optique

L'acquisition d'image a été réalisée à deux échelles d'observation de part et d'autre d'un même échantillon.

- L'échelle macroscopique est étudiée par l'acquisition d'images sur la longueur totale de l'échantillon. L'acquisition des images se fait par une caméra CCD Imperx de très haute définition (16Megapixel). Le champ d'observation couvrant l'intégralité de l'échantillon de 10cm hauteur, la taille d'un pixel est de l'ordre de 22 μ m. On peut ainsi faire la cartographie globale des déformations à l'échelle de l'échantillon.
- L'échelle microscopique est une zone d'environ 7,5mm de côté où l'acquisition d'images est assurée par une caméra de résolution plus faible (4Megapixel), soit une taille de pixel de l'ordre de 3,5 μ m. Ainsi, il est possible d'obtenir une information plus locale sur les déformations. L'information à cette échelle permet de faire le lien entre les échelles d'investigation macroscopique et celle du MEB.

<i>Caméra</i>	Imperx	Spot
<i>Taille des images (en pixels)</i>	4872 x 3248	2048 x 2048
<i>Taille des capteurs</i>	36,07mm x 24,05mm largeur d'un pixel du capteur 7,4 μ m	15,15mm x 15,15mm largeur d'un pixel du capteur 7,4 μ m
<i>Codage</i>	12 bits convertie en 256 niveaux de gris pour la corrélation	12 bits convertie en 256 niveaux de gris pour la corrélation

Tableau 6. 1 : Caractéristiques des caméras optiques utilisées

Compte tenu de la faible résistance à la rupture de nos échantillons (voir section 3.2.3 et 4.4.1) et de la vitesse de charge minimum de 1 μ m/s de la machine, les essais n'excèdent pas une dizaine de minutes. L'avantage incontestable des caméras optiques réside dans la vitesse d'acquisition des images. En effet, elle permet une acquisition d'images en continu de la zone d'étude au cours de la charge. En dépit de la rapidité des essais, il est possible d'obtenir environ 150 et 250 images avec un pas d'échantillonnage court. L'acquisition des images se fait manuellement ou par séquençage prédéfini, on obtient ainsi une image toutes les 6 secondes environ.

b) Mise en place de l'essai

Afin d'optimiser le traitement d'image, il est nécessaire d'acquérir les images avec la meilleure résolution possible du matériel optique disponible. Il faut donc s'assurer, pour un objectif donné et un grandissement souhaité, que la distance objet-capteur et la distance bague-capteur sont satisfaisantes. La distance focale optimale de la caméra à l'objet est calculée et l'on place un certain nombre de tubes (ou bagues allonges) entre l'objectif et le capteur.

Les objectifs employés en microscopie optique présentent une profondeur de champ très faible, ce qui a pour conséquence la nécessité d'observer une surface plane. Des faces planes (ou méplats) d'environ 40mm sont réalisées de chaque coté des échantillons cylindriques de hauteur ~100mm et de

diamètre 49mm . Un mouchetis à la bombe de peinture peut alors être appliqué sur les méplats afin d'augmenter le contraste local sur l'image, comme discuté dans la section précédente. De plus, il faut respecter la normalité de l'axe des caméras avec les méplats pour faire en sorte que tous les points d'observation se situe dans le même plan.

L'éclairage est également primordial pour l'acquisition d'une image de qualité, il est choisi de façon à obtenir un histogramme de niveau de gris le plus large possible sur l'image globale en limitant au maximum les phénomènes de saturations. La face de l'échantillon sur laquelle sont réalisées les observations globales est éclairée en lumière directe par un halogène annulaire d'intensité réglable ou un spot de lumière verte. Le choix du type d'éclairage est également fonction du matériau d'étude. En effet, la réflexion de la lumière sur les grains de quartz constitutifs du grès, nous a fait abandonner l'éclairage par l'annulaire au profit d'un éclairage latéral assuré par un spot de lumière verte. Sur l'autre face de l'échantillon, l'éclairage se fait latéralement par la mise en place sur l'objectif de microscopie de deux lampes dont on peut également régler l'intensité. Les caractéristiques des essais macroscopiques sont récapitulées dans le tableau 6.2.

Avant la mise en charge, on réalise quelques images de l'échantillon, en déplaçant légèrement la platine de la caméra dans les deux directions d'observation X et Y, puis dans la direction normale Z. Cette procédure, qui sera décrite plus précisément dans la section suivante, permet de quantifier les erreurs induites lors du calcul des champs de déformation par corrélation. Les séquences d'acquisition d'images sont lancées de façon synchrone sur les deux caméras et le chargement de l'échantillon est conduit jusqu'à la rupture de celui-ci. Trois essais macroscopiques ont été réalisés : deux sur échantillons de calcaire d'Estailades, et un troisième sur échantillon de grès de Bentheim. Un seul essai a été conduit sur le grès de Bentheim, car la rupture brutale de l'échantillon ne garantit pas la sécurité des appareils optiques (voir figure 4.25) En effet, sous chargement purement axial, la fracturation induit l'*explosion* de l'échantillon, des grains de quartz peuvent alors être projetés contre les objectifs et endommager les outils optiques.

Caméra	Objectif	Allonges	Taille de l'image	Eclairage
Imperx IPX-16M3-G/L 12 bits	Lentille-Objectif 4,5/90mm ; Adaptateur + Makro unifoc 12 Optique Macro Schneider-Kreuznach	Monture T + Monture F Tubes 25 et 10mm + Bague de Mise au point	4832 x 3248 pixels ~ 103,5mm x 70mm 1 pixel $\approx 22\mu\text{m}$	Halogène annulaire + masque aux pôles Éclairage direct
				Spot lumière verte Eclairage latéral
Spot insight 2048x2048 12 bits	Lentille-Objectif X2 Optique de microscopie Mitutoyo	Tubes de 6, 10, 50 et 75mm + lentille de tube Allonge totale 141mm	2048 x 2048 Pixels ~ 7,5mm x 7,5mm 1 Pixel $\approx 3,5\mu\text{m}$	Eclairage latéral par deux diodes électroluminescentes blanches

Tableau 6.2 : Récapitulatif de l'équipement optique mis en place pour les essais macroscopiques.

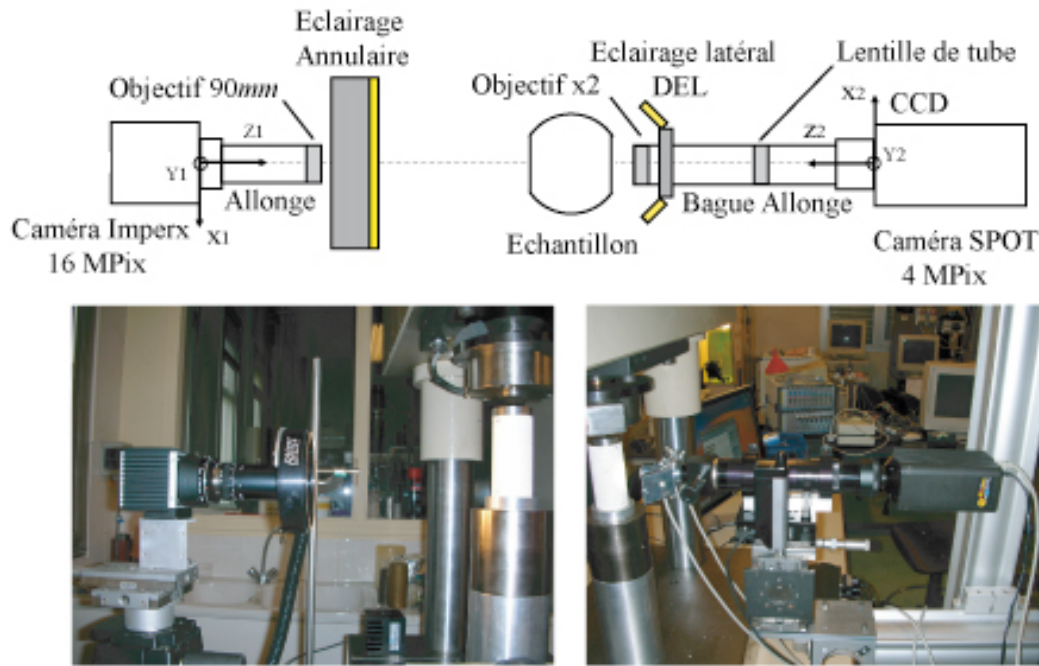


Figure 6.5 : *En haut*: Vue de dessus schématique du montage utilisé pour les essais macroscopiques ; *En bas*: photographies des appareils optiques en place; *gauche*: caméra Imperx; *droite*: microscopie et caméra SPOT.

6.3.2. Essai in situ sous Microscope Electronique à Balayage

a) Equipement

Le Microscope Electronique à Balayage (MEB) sous lequel ont été réalisés les essais de compression est un modèle Quanta 600 environnemental développé par FEI. Nous rappelons ici très brièvement les principes de la technique d'imagerie MEB, afin de rendre compte des problèmes que peut poser ce type d'imagerie sur la technique de corrélation d'images. Un MEB est un outil d'observation qui permet d'obtenir une image d'un échantillon à partir du bombardement d'électrons à sa surface. Sous l'effet de ce bombardement, l'échantillon émet un signal qui peut être mesuré à l'aide d'un capteur adapté. Cette émission de signal ayant lieu au point d'impact du faisceau d'électrons sur la surface, la reconstruction des images numériques se fait par balayage de la zone d'étude. Les deux principaux signaux sont l'émission d'électrons secondaires (SE) et l'émission d'électrons rétrodiffusés (BSE). Le contraste visible au MEB est lié au type d'émission mesurée.

Les électrons secondaires, de faible énergie et émis dans une zone inférieure à $10nm$ sous la surface, ont une intensité liée à l'orientation de la surface. Le contraste de l'image est alors lié au relief à la surface.

Les électrons rétrodiffusés, de plus forte énergie et depuis une zone de quelques centaines de nanomètres sous la surface, ont une intensité liée à l'orientation du réseau cristallographique sous la surface et au numéro atomique des éléments qui la composent. Le contraste de l'image est induit par la différence de composition chimique ou par l'orientation du réseau cristallographique.

Le chargement des échantillons est assuré par un banc d'essai de compression uniaxial placé dans la chambre du MEB et fixé directement sur la platine. Il est équipé d'un capteur de force et d'une jauge LVDT. Le pilotage de ce dispositif se fait en déplacement, avec une vitesse d'avancement du piston minimale de $1\mu\text{m/s}$.

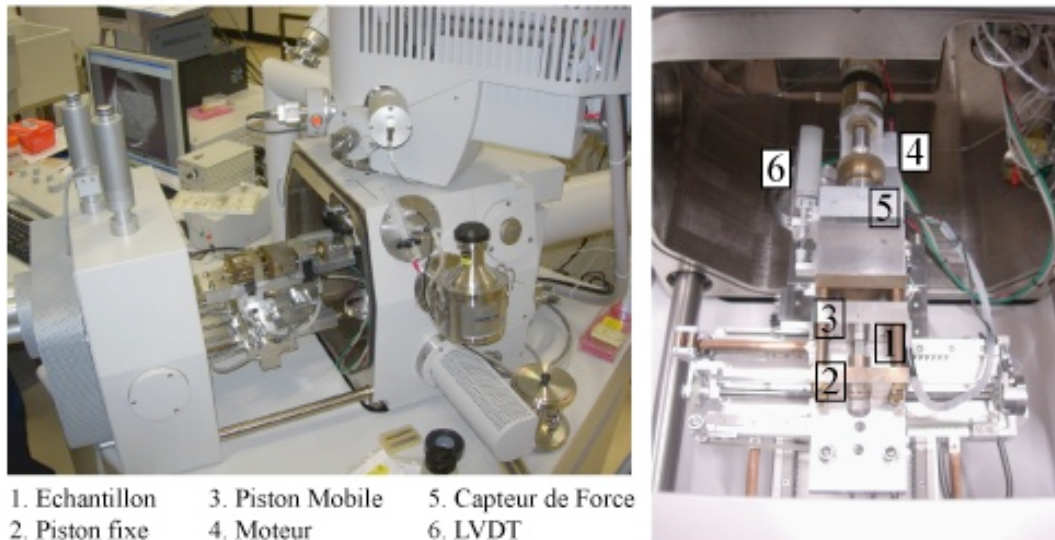


Figure 6.6 : MEB environnemental Quanta 600 équipé du dispositif de chargement axial

b) Acquisition des images

Une nouvelle fois, afin d'assurer une corrélation de qualité, les images se doivent d'être acquises dans des conditions optimales. La définition d'image maximale accessible au MEB est de 4096×3775 pixels. Le réglage du MEB doit tenir compte d'un certain nombre de paramètres et se fait en trouvant le meilleur compromis possible afin d'optimiser le rapport signal/bruit.

Les paramètres de réglage et leur impact sur la qualité d'image sont les suivants :

- Le type de signal mesuré conditionne l'amplitude du contraste local. Le contraste visible ayant pour origine l'émission d'électrons rétrodiffusés est théoriquement le plus adapté à la corrélation d'image. En effet, celui-ci ne varie pas avec la déformation du matériau, car il est lié à la composition chimique des différentes phases en présence, à la différence de celui des électrons secondaires sensible au relief.

Néanmoins, en raison de l'encombrement du dispositif de chargement, la distance du capteur BSE à l'échantillon est importante, la qualité du signal est plus faible que dans le cas d'émission d'électrons secondaires. De plus, nos échantillons d'études ne présentent pas de variations notables de la composition chimique entre les différents grains. En effet, dans le cas du grès de Bentheim, l'intensité du signal BSE est très homogène entre les grains de quartz, tous de même composition. Les variations d'intensité mesurée dans le cas du calcaire d'Estailades sont liées

aux différences de densité entre la phase dense et la phase microporeuse, mais reste trop faible au sein d'un même agrégat dense.

De plus, les déformations attendues pour ces échantillons sont très faibles en rapport à celles pouvant induire des variations de l'intensité du signal SE. Finalement, le meilleur compromis est obtenu sur les images acquises à partir de l'émission des électrons secondaires.

- L'histogramme des niveaux de gris doit être optimal. Il doit être suffisamment large pour couvrir le maximum de la plage des 256 niveaux de gris et ne pas en dépasser les limites, pour éviter les saturations. La procédure de test consiste à ajuster le contraste et la brillance lors de l'acquisition pour satisfaire cette condition. Des variations de la distribution des niveaux de gris peuvent apparaître en cours d'essais en raison des fluctuations électroniques du MEB ou des modifications des propriétés du matériau. Il faut donc réajuster le contraste et la brillance avant chaque image pour minimiser ces effets. Ils n'ont toutefois que peu d'impact sur la corrélation, car ces fluctuations sont prises en compte dans la formulation du coefficient de corrélation décrite dans l'équation 6.5.
- La taille du faisceau incident détermine la taille de sonde, c'est à dire la taille de la zone sur laquelle l'information réémise est mesurée. Elle est réglable en adaptant l'énergie ou tension accélératrice des électrons et l'ouverture du diaphragme. La qualité du rapport signal/bruit augmente avec la taille de sonde, en effet, plus cette dernière est élevée, plus l'image contient d'information en chaque point et donc meilleure sera la précision sur le calcul des champs de déplacement (Doumalin, 2000). En revanche, l'utilisation d'une taille de sonde trop importante peut induire des problèmes d'évacuation de charge.
- La vitesse de balayage, qui n'est autre que le temps d'intégration du signal par pixel, permet également d'améliorer le signal rapport/bruit et doit être ajustée en fonction de la taille de faisceau utilisée. En effet, travailler avec une taille de sonde assez large permet d'augmenter la vitesse de balayage. Nous avons utilisé des vitesses de balayage de $30\mu s$ et $15\mu s$, soit respectivement des temps d'acquisition pour une image de 7 et $3,5mn$.
- Les images sont prises à différents grandissements, choisis en fonction du type de structure que l'on souhaite caractériser. Le grandissement est défini comme le rapport entre la taille réelle d'un objet et sa dimension dans l'image numérique imprimée sur un support standard. L'acquisition des images a été réalisée pour des grandissements variant de 40 à 160. Pour un grandissement 40, l'image obtenue couvre environ le quart de l'échantillon, soit $3,7 \times 3,4mm$, la résolution est donc $\sim 910nm/pixel$. Cette échelle permet d'obtenir des informations sur les phénomènes locaux statistiquement représentatifs de l'ensemble de l'échantillon. Le grandissement 160 permet de descendre à une taille d'image inférieure à 1 mm, la résolution est alors 4 fois plus petite soit $\sim 230nm/pixel$.

Expériences	Série 1*	Série 2**
MEB	Quanta 600 FEG ESEM	Quanta 600 FEG ESEM
Numérisation	4096x3775	4096x3775
Tension	10kV	10kV
Diaphragme	2	4
Grandissement	x40	x40 ; x80 ; x160
Nature des électrons	SE	SE
Distance de travail	20mm	20mm
Vitesse de balayage	30 μ s	15 μ s
Temps d'acquisition	7mn	3,5mn

Tableau 6.3 : Récapitulatif des réglages utilisés pour les 2 séries d'essais in-situ MEB. *1 essai réalisé sur le carbonate. **3 essais sur le carbonate et sur le grès.

c) Préparation des échantillons et mise en place de l'essai

La qualité de la surface d'observation est l'une des conditions essentielles pour garantir la qualité des images acquises en microscopie électronique. La préparation des échantillons de carbonate pose de nombreux problèmes. En effet, en raison de la faible cohésion et de la différence de densité entre les agrégats de grains de calcite, les échantillons tendent à se désagréger en cours d'usinage et la qualité de polissage est rarement satisfaisante.

Les échantillons utilisés pour ce type d'essai sont de forme parallélépipédique. Afin d'éviter les phénomènes de flambage au cours de chargement, les faces aux contacts des pistons doivent être strictement parallèles et la hauteur de l'échantillon ne doit pas excéder deux fois la dimension de ces même faces. Les échantillons préparés ont une hauteur d'environ 10mm et des faces de 5mm de côté. Dans un premier temps, ils sont usinés à l'aide d'une scie circulaire diamantée à faible vitesse de rotation. Les deux faces en contact avec les pistons sont ensuite rectifiées par polissage. La face d'observation est polie finement par passage successif sur disque en carbure de silicium dont on diminue progressivement la taille de grain, jusqu'au grade 4000. Les échantillons sont ensuite nettoyés en bain ultrasonique afin d'éliminer tout résidu de polissage pouvant perturber les observations et ensuite séchés en étuve pendant 24 heures.

Après séchage de l'échantillon, celui-ci est métallisé à l'or sur une épaisseur de quelques nanomètres. La continuité de cette couche permet une bonne évacuation des électrons du faisceau incident et limite les problèmes d'accumulation de charge lors de l'acquisition. Dans le cas des matériaux poreux, le relief à la surface des échantillons peut induire de fortes discontinuités de cette couche et dégrader la qualité du signal. L'échantillon est alors collé au piston inférieur avec de la laque d'argent afin une nouvelle fois de garantir l'évacuation des électrons. Celui-ci est ensuite mis en place sur le banc d'essai. Une fois s'être assuré de l'horizontalité de la surface d'observation, le piston

supérieur mobile est mis au contact de l'échantillon. Une charge de 2 à 3N est alors appliquée sur l'échantillon. A ce stade, le capteur de déformation axiale est initialisé. La chambre du MEB est fermée et un vide d'environ 10^{-5} mbar est instauré dans celle-ci.

Une série d'images est réalisée à l'état de référence, pour chacune des zones sélectionnées pour un grandissement donné. Chaque acquisition est précédée d'un test pour vérifier que l'histogramme des niveaux de gris est correct. La position du centre de chacune des zones est rentrée en mémoire dans le logiciel de pilotage de la platine et du faisceau. Pour le plus faible grandissement, on réalise également une série d'images à l'état initial, entre deux déplacements de la platine de quelques pixels. Cette procédure vise, comme dans le cas des essais macroscopiques, à évaluer la précision de la mesure.

L'échantillon peut alors être sollicité par incréments de charge. A partir des essais macroscopiques, on estime que la force nécessaire pour fracturer les échantillons ne doit pas excéder 1kN et 1,5kN, respectivement pour le carbonate et pour le grès. Sur cette base, on définit un certain nombre de paliers de force à atteindre, dans le cas idéal on travaille au minimum sur 4 paliers. Après chaque augmentation de la charge, un délai suffisant est respecté avant d'acquérir les images, ceci afin d'éviter une relaxation trop importante de l'échantillon qui pourrait perturber la qualité des images.

6.4. Evaluation des incertitudes de mesures

6.4.1. Origines des incertitudes

a) Incertitudes sur le champ de déplacement

La mesure des champs de déplacement peut être entachée d'un certain nombre d'erreurs, liés d'une part aux défauts optiques des appareils utilisés et d'autre part à la méthode de corrélation. Compte tenu des très faibles déformations mesurées expérimentalement sur les matériaux géologiques, il est nécessaire de quantifier les incertitudes de mesure en vue de l'interprétation des champs de déformation calculés par corrélation.

Les erreurs sur la mesure des déplacements locaux sont essentiellement liées à la qualité de l'acquisition d'image ainsi qu'aux défauts de géométrie des appareils optiques. Lors des essais macroscopiques, elles sont généralement assez faibles et principalement induites par les variations de grandissement au cours de l'essai. Les essais in-situ MEB sont plus affectés par ces erreurs ; selon Doumalin (2000), elles sont principalement liées :

- Au bruit inhérent à cette technique d'imagerie. Il convient donc de considérer des vitesses de balayage lentes, afin d'amplifier et moyenner le signal reçu par le capteur
- A la dérive du faisceau, qui peut générer une distorsion de l'image finale. Le temps d'acquisition du signal de deux points voisins sur une ligne étant très petit devant celui entre deux points de la même colonne, cette dérive se traduit par un décalage entre le haut et le bas de l'image.
- Au balayage qui peut être à l'origine de sauts de lignes ou de rapport de forme des pixels erronés.
- Aux variations de grandissement du MEB au cours de l'essai, liée aux défauts de balayage, mais aussi et surtout aux mouvements globaux de l'échantillon.

A ces erreurs aléatoires, une erreur supplémentaire s'ajoute à la mesure du champ de déplacement. Celle-ci est liée à la nature du marquage, au mode d'échantillonnage du signal et à la méthode d'interpolation des niveaux de gris sur le domaine de corrélation pour le calcul des déplacements de points à des valeurs fractionnaire de pixels. Cette erreur est maximale lorsque le déplacement d'un point approche une valeur entière de pixel. En conséquence, lorsque les déformations globales sont faibles, la carte des déformations est marquée par l'apparition de bandes de Moiré. La forme précise de la courbe d'erreur est dépendante de la qualité de l'interpolation et donc du contraste local dans le domaine de corrélation.

b) Impact des erreurs sur le champ de déplacement sur la mesure du gradient de transformation F

Cette erreur sur la mesure du champ de déplacement se transmet à l'incertitude sur le calcul du gradient de transformation F . L'impact des incertitudes décrites précédemment peut alors être minimisé en choisissant une taille de grille ou un schéma d'intégration adapté. (Voir figure 6.2.) Les fluctuations locales sont alors moyennées sur un domaine plus grand et permettent de gagner en précision.

Schéma d'intégration	0	1	2	3
Gain de précision	1	2	3,26	4,61
Perte du caractère local	1	$1/\sqrt{2}$	$1/2$	$1/2\sqrt{2}$

Tableau 6.4 : Incertitudes liés à la taille de la base de mesure d'après Doumalin (2000)

A l'issu du traitement de corrélation, on peut accéder à l'écart type sur ce gradient de transformation $\sigma_{F_{xx}}$, qui peut être exprimé pour le schéma d'intégration 2 utilisé dans cette étude par :

$$\sigma_{F_{xx}} = \frac{\sqrt{3}}{4} \frac{\sigma_x}{a}, \quad (6.9)$$

avec a le pas de la grille, et σ_x la variance sur la mesure de la position x dans la configuration déformée, c'est à dire l'incertitude sur le déplacement.

Dans le cas du calcul d'une déformation globale sur une zone comportant N lignes et dont la première et la dernière colonne sont espacées d'une distance L . L'expression (6.9) devient :

$$\sigma_{F_{xx}} = \sqrt{\frac{2}{N}} \frac{\sigma_x}{L}. \quad (6.10)$$

L'incertitude sur le gradient de transformation F_{xx} mesuré est également sensible aux variations de grandissement Δg (mouvements globaux et mouvements non uniformes de l'échantillon hors plan d'observation), et peut être exprimée par :

$$F_{xx} = \left(1 + \frac{\Delta g}{g}\right) \frac{\partial x}{\partial X} \quad (6.11)$$

avec X et x , les coordonnées réelles des points dans la configuration de référence et déformé respectivement.

La quantification de ces erreurs est réalisée en faisant la corrélation de deux images d'une même zone acquises à différents temps avant la mise en charge de l'éprouvette. Sans imposer de

mouvements entre les deux acquisitions, les déformations équivalentes mesurées entre ces deux images correspondent au bruit lié aux modifications de la prise d'images. L'impact des erreurs liées aux problèmes de repositionnement du faisceau (MEB) et aux variations de grandissement (caméra CCD et MEB) peut être quantifié en faisant l'acquisition de deux images décalées respectivement de quelques pixels dans les directions X et Y du plan d'observation et selon la direction Z normale à ce plan. Cette procédure permet également d'évaluer les erreurs d'appariement dans le cas de mouvements rigides.

La somme de toutes ces erreurs correspond donc à la somme du bruit de mesure et des incertitudes sur la méthode de corrélation, qu'il faut prendre en compte lors du traitement d'images pour les différents états mécaniques. Dans le cas de notre étude, la quantification de ces erreurs est une condition nécessaire à l'interprétation des cartes de déformation, et ce, en raison des très faibles déformations affectant nos géomatériaux.

6.4.2. Incertitudes liées au traitement d'images acquises lors d'essais macroscopiques

a) Incertitudes sur les observations macroscopiques

Suivant la méthodologie décrite par Doumalin (2000), l'évaluation des incertitudes est basée sur la corrélation de plusieurs images d'une même zone, acquises en début d'essai. Ce traitement permet d'évaluer les erreurs sur la mesure du déplacement (écart type en x et y sur les composantes du déplacement), et ainsi que les erreurs maximales. Dans le cas d'une translation dans le plan d'observation, il est possible de calculer l'écart type de la différence entre le déplacement mesuré et celui associé à une transformation homogène égale à la déformation moyenne. Un exemple de résultats type issus de ce traitement est présenté dans le tableau 6.5.

L'objectif de cette analyse est donc de trouver les meilleures conditions sur le traitement d'image afin de minimiser les incertitudes sur le calcul du champ de déformation.

Pour une même taille de fenêtre de corrélation $D=50$ pixels et une même configuration optique, les erreurs sur la mesure de déplacement sont respectivement 1,5 et 2 fois plus faibles dans la direction X et la direction Y pour le calcaire que pour le grès. Cette différence s'exprime au regard de la surface d'observation du matériau. En effet, le contraste du grès est globalement moins prononcé que celui du carbonate. Les différentes structures des agrégats de micrograins de calcite du carbonate présentent en effet un contraste naturel plus favorable pour la corrélation. De plus, les grains de quartz à la surface de l'échantillon tendent à réfléchir la lumière de façon plus ou moins aléatoire en fonction de l'orientation de l'échantillon par rapport au dispositif d'éclairage. L'hypothèse de conservation du contraste local entre les images sur lequel se base la corrélation est alors moins bien vérifiée dans le cas de grès.

Il est à noter que pour le premier échantillon de carbonate testé, et dont les résultats seront discutés dans la section suivante, le mouchetis n'avait pas été déposé sur les deux surfaces d'observation. Dans ce cas, le contraste est bien moins marqué et les erreurs sont plus importantes. L'écart type sur le déplacement mesuré pour une translation dans la direction X est alors de 0,032 pour la même condition que précédemment (équivalent à une erreur sur le déplacement est alors de 0,05 pixel dans la direction X). De plus, le méplat usiné sur cet échantillon est beaucoup plus fin que pour les essais réalisés avec mouchetis (base de mesure de 53 pixels). Pour travailler sur une zone significative, c'est à dire hors du méplat, tout en limitant les effets de variations de grandissement, le choix d'une base de mesure beaucoup plus fine a donc été préféré. L'erreur mesurée est alors de 0,09% dans la direction X, soit 0,055 pixel.

	Estailades		Bentheim	
Analyse en translation pure	Sans translation	Translation en X	Sans translation	Translation en X
Ecart type (u_x, u_y)	(0,019 ; 0,015)	(0,018 ; 0,019)	(0,024 ; 0,022)	(0,031 ; 0,040)
Ecart maximum	(0,054 ; 0,069)	(0,058 ; 0,12)	(0,086 ; 0,054)	(0,097 ; 0,12)

Analyse en déformation homogène	Sans translation	Translation en X	Sans translation	Translation en X
Ecart type (u_x, u_y)	(0,020 ; 0,016)	(0,018 ; 0,010)	(0,022 ; 0,024)	(0,031 ; 0,040)
Valeurs de déformation E11	$-1,81.10^{-3}$	$-5,23.10^{-3}$	$-3,10.10^{-3}$	$-6,63.10^{-3}$
E22	$-2,32.10^{-6}$	$-5,28.10^{-6}$	$-2,52.10^{-6}$	$-1,20.10^{-5}$
E12	$-3,22.10^{-6}$	$-3,54.10^{-6}$	$-6,34.10^{-6}$	$-1,46.10^{-5}$

Tableau 6.5 : Analyse des incertitudes sur les mesures du champ de déplacement liées au traitement d'images acquises sur la caméra CCD imperx, pour une taille de fenêtre de corrélation de 50 pixels. Echantillons de calcaire d'Estailades et de grès de Bentheim préparés avec dépôt d'un mouchetis sur la surface d'observation.

Une autre approche plus riche permet de plus la quantification des erreurs systématiques. Elle consiste à réaliser le même type de traitement sur une image acquise après un mouvement de la caméra dans la direction Z. Cette variation de grandissement équivaut donc à appliquer une déformation isotrope (même déformation globale dans les directions X et Y) sur toute la zone d'étude. La variation de grandissement est choisie de telle sorte qu'elle induise un champ de déplacement relatif de quelques pixels aux extrémités de l'image. Les champs de déplacement ainsi générés permettent de faire apparaître les bandes de Moiré. Il est ainsi possible de calculer l'amplitude de l'erreur systématique corrélée avec la partie fractionnaire du déplacement. Celle-ci s'exprime alors comme la différence entre le déplacement mesuré et le déplacement théorique, en la séparant de l'erreur aléatoire.

Les cartes de déformations issues de ce traitement sur le carbonate et le grès, pour un mouvement équivalent à un recul de $500\mu m$ de la caméra par rapport à l'objet, soit une variation de

grandissement de 0,14%, sont présentées dans la figure 6.7. Celles-ci font clairement apparaître des bandes de déformation périodiques régulièrement espacées dans la direction X et Y, associées aux fortes variations de l'erreur systématique sur la mesure du champ de déplacement pour des valeurs fractionnaires de pixel. Pour les deux échantillons, l'amplitude maximale de cette erreur est atteinte pour un déplacement proche de la valeur entière de pixel. Cette erreur est 2 fois plus importante dans le cas du grès de Bentheim, en raison du contraste local 'dur' induit par le mouchetis noir et blanc au sein d'un domaine de corrélation. On entend par contraste 'dur' la variation rapide des niveaux de gris dans l'image à l'échelle de quelques pixels. L'interpolation des niveaux de gris est alors entachée d'une plus forte erreur.

La qualité de marquage du carbonate est encore vérifiée par cette méthode. L'amplitude maximale de l'erreur systématique n'excède pas 0,01 pixel, pour une erreur aléatoire de l'ordre de 0,025 pixel.

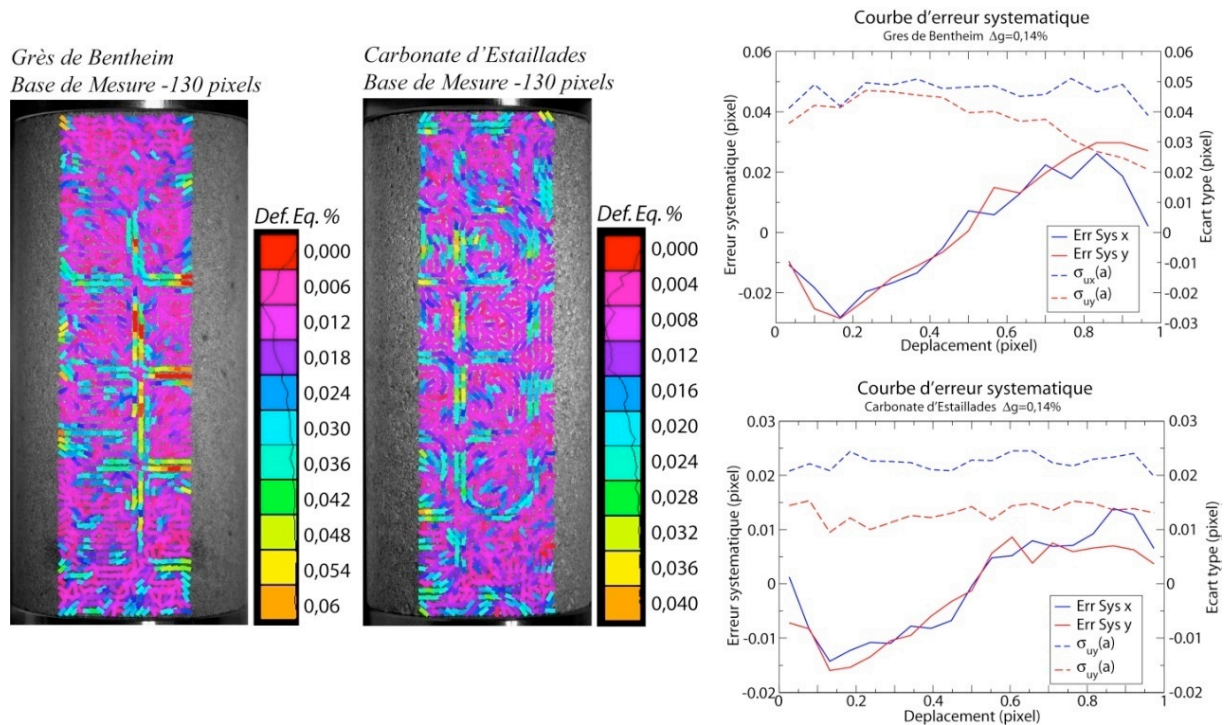


Figure 6.7 : Carte de la déformation équivalente mesurée sur le grès et le carbonate pour un mouvement de translation de la distance caméra-objet de 500µm et mise en évidence des bandes de Moiré. Courbes d'erreurs systématique et d'écart type associés calculées à partir de l'analyse corrélée à la valeur fractionnaire a du déplacement.

b) Incertitudes sur les observations microscopiques

Le même traitement que pour les images acquises sur l'ensemble de l'échantillon a été réalisé sur les images acquises en microscopie. Les résultats de ce traitement sont récapitulés dans le tableau 6.6. En revanche, les calculs d'incertitudes réalisés sur le carbonate ne sont pas tout à fait représentatifs du second essai réalisé sur cet échantillon. En effet, les images acquises dans les différentes configurations à l'état non déformé sont celles de l'échantillon sur lequel n'avait pas encore été déposé le mouchetis. Néanmoins, une comparaison des incertitudes mesurées sans

mouchetis avec les conditions réelles de l'essai peut être effectuée en ne considérant que les deux premières images acquises pendant l'essai, la montée en charge n'étant réalisée qu'après l'acquisition d'une dizaine d'images.

Les incertitudes sur le carbonate semblent beaucoup plus sensibles à la présence du mouchetis, que pour les observations macroscopiques. En effet, les résultats de corrélation entre les configurations sans translation montrent, respectivement, une erreur environ 2 et 10 fois moindre dans les directions X et Y.

	Estailades		Bentheim	
Analyse en translation pure	Sans translation	Translation en X	Sans translation	Translation en X
Ecart type (u_x, u_y)	(0,061 ; 0,21) (0,038 ; 0,034)*	(0,17 ; 0,22)	(0,014 ; 0,029)	(0,030 ; 0,085)
Ecart maximum	(0,96 ; 1,28) (0,90 ; 0,82)*	(0,93 ; 0,93)	(0,109 ; 0,035)	(0,43 ; 0,69)

Analyse en déformation homogène	Sans translation	Translation en X	Sans translation	Translation en X
Ecart type (u_x, u_y)	(0,061 ; 0,21) (0,038 ; 0,033)*	(0,18 ; 0,22)	(0,022 ; 0,024)	(0,029 ; 0,036)
Valeurs de déformation E11	$1,79.10^{-5}$; $9,34.10^{-6}$ *	$-5,96.10^{-5}$	$8,50.10^{-7}$	$-2,36.10^{-6}$
E22	$6,03.10^{-6}$; $-1,73.10^{-5}$ *	$1,68.10^{-5}$	$1,35.10^{-6}$	$-2,25.10^{-5}$
E12	$2,74.10^{-6}$; $-4,00.10^{-5}$ *	$-8,52.10^{-5}$	$-5,16.10^{-6}$	$-1,69.10^{-5}$

Tableau 6.6 : Analyse des incertitudes sur les mesures du champ de déplacement liées au traitement d'images acquises sur la caméra SPOT pour une fenêtre de corrélation de 50 pixels. *Calcul des incertitudes après le dépôt du mouchetis sur l'échantillon de calcaire.

A cette échelle d'observation, les incertitudes sont fortement diminuées dans le cas du grès. La taille du mouchetis est donc beaucoup plus adaptée que dans le cas des observations macroscopiques.

Le calcul des erreurs systématiques sur la corrélation d'images acquises à cette échelle est complexe à mettre en œuvre. En effet, en raison de la très faible profondeur de champ du dispositif optique, une faible variation de grandissement induit une forte dégradation de la qualité de l'image. Pour limiter les effets de déformation hors plan, la mise au point est réglée continuellement au cours de l'essai.

6.4.3. Incertitudes liées au traitement d'images acquises sous MEB.

Nous avons vu qu'un bon marquage était une condition essentielle pour satisfaire une corrélation de qualité. Dans la section 6.2., nous avons montré que le contraste naturel porté par les grains de quartz constitutif du grès de Bentheim n'apporte pas suffisamment d'information à l'échelle d'un domaine de corrélation qui n'intègre pas d'informations sur le relief des grains. Pour contourner cette difficulté, le traitement des images obtenues pour le grès a été réalisé avec des domaines de corrélation très grands de 100x100pixels. En conséquence, le pas de grille (distance entre deux points

de mesure) est supérieur à 200 pixels. L'erreur sur le champ de déplacement est fortement diminuée en moyennant l'information sur un domaine plus large, mais l'information est beaucoup moins locale. Il ne s'agira donc pas dans le cas du traitement d'image MEB sur le grès de Bentheim d'apporter une information quantitative sur les taux de déformations mis en jeu à l'échelle de la microstructure, mais plutôt de détecter les zones dans lesquelles les mouvements locaux sont les plus importants.

Pour le carbonate d'Estailades, les incertitudes liées à l'acquisition d'images numériques à l'aide du MEB sont quantifiées en suivant la méthodologie décrite précédemment. Pour tout le traitement, nous avons utilisé un pas de grille de 30 pixels, et le schéma d'intégration de type 2, indépendamment du grandissement utilisé pour acquérir l'image. Dans cette configuration, la base de mesure des déformations locales est alors de 60 pixels. Les résultats présentés dans le tableau 6.7 sont obtenus pour des images d'un échantillon de carbonate acquises au grandissement intermédiaire 80.

	Estailades - grandissement 80	
Analyse en translation pure	Sans translation	Translation en X+Y
Ecart type (u_x, u_y)	(0,054 ; 0,049)	(0,15 ; 0,18)
Ecart maximum	(1,03 ; 1,01)	(1,65 ; 2,81)

Analyse en déformation homogène	Sans translation	Translation en X+Y
Ecart type (u_x, u_y)	(0,036 ; 0,032)	(0,19 ; 0,18)
Valeurs de déformation E11	$-1,04.10^{-5}$	$-2,69.10^{-5}$
E22	$-3,73.10^{-5}$	$-4,33.10^{-5}$
E12	$2,67.10^{-5}$	$-5,08.10^{-6}$

Tableau 6.7 : Analyse des incertitudes sur les mesures du champ de déplacement liées au traitement d'images MEB pour une fenêtre de corrélation de 30 pixels, soit une base de mesure de la déformation locale de 60 pixels.

La figure 6.8. présente le résultat de la corrélation réalisée entre deux images acquises sans imposer ni translation, ni variation de grandissement. Dans ce cas, les variations représentent le minimum d'incertitudes possibles lors de la corrélation. On constate que les plus fortes erreurs se localisent dans les zones de plus fort relief. Ces erreurs sont liées à des problèmes d'évacuation de charges électroniques dans les pores, qui induisent localement des saturations et des variations de contraste local très importante. Néanmoins, il est aisé de repérer les points affectés par ce type de saturation et de les éliminer du traitement pour la mesure des déformations. S'il on fait abstraction de ces erreurs locales liées à l'état de surface de l'échantillon, on constate que les incertitudes inhérentes au bruit du MEB sont assez faibles, de l'ordre de 0,13 pixels, tout en étant notablement plus importante qu'en optique. Ce résultat contraste fortement avec les observations d'études antérieures (Racine 2005, Hérupré 2006), pour lesquels était observé un écart type sur les composantes de la déformation environ 3 à 5 fois plus important. Cette différence notable résulte de la meilleure précision de la carte de pilotage du faisceau d'électrons du MEB utilisé dans cette étude. Elle ne

génère pas de non linéarité de balayage dans la direction X et limite les effets de dérives du faisceau dans la direction Y. A titre de comparaison, les résultats d'une même corrélation de deux images acquises sans translation sur un MEB d'ancienne génération (MEB Philips XL40) obtenues par Héripré (2006) sont présentés dans la figure 6.9. Le gain en précision offert par le MEB utilisé dans cette étude permet de s'assurer de la validité de cette méthode de corrélation d'images pour le traitement des essais in-situ sur le carbonate d'Estailades peu déformable macroscopiquement.

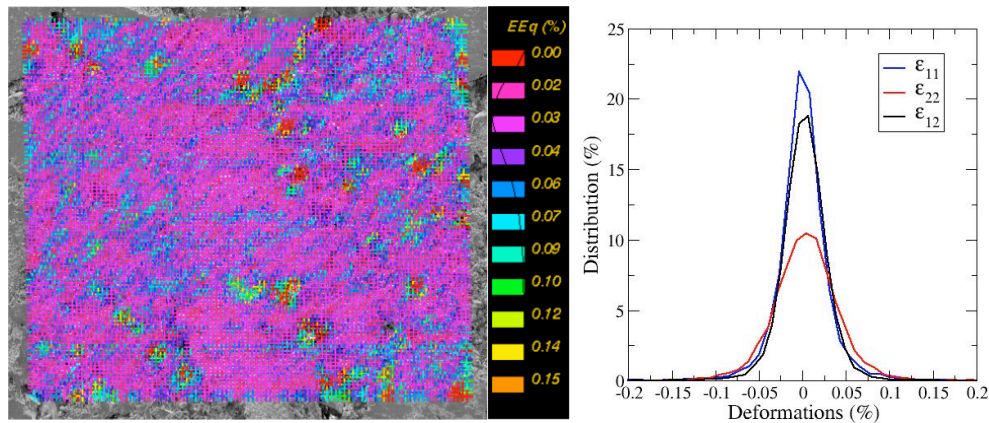


Figure 6.8 : Résultat de la corrélation sur deux images d'une même zone non déformée sans mouvement de translation (grandissement x80, base de mesure de la déformation locale : 60 pixels) : Cartographie des déformations équivalentes et distribution des composantes de la déformation.

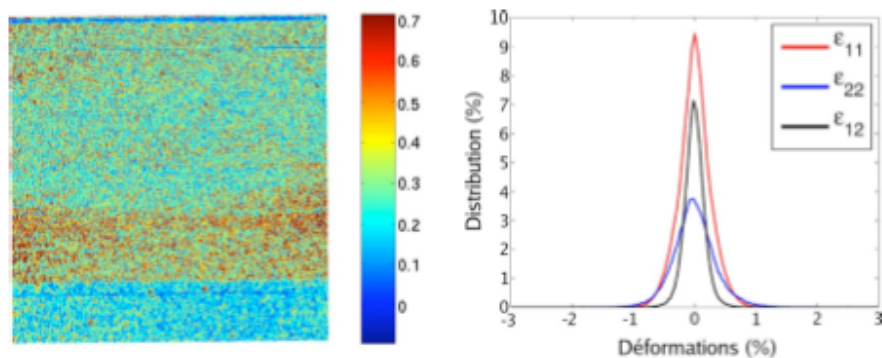


Figure 6.9 : Résultat de la corrélation sur deux images d'une même zone non déformée sans mouvement de translation. Cartographie des déformations équivalentes et distribution des composantes de la déformation obtenues par Héripré (2006). La base de base de mesure est ici de 30 pixels.

L'erreur systématique sur la mesure du déplacement a également été quantifiée à cette échelle. Une variation de grandissement de 0,6% est imposée entre l'acquisition de deux images, sans faire de mise au point entre les deux images. Cette variation de grandissement induit également l'apparition de bandes de Moiré sur les cartographies de déformation, illustrées par la figure 6.10. La courbe d'évolution des erreurs systématiques montre que celles-ci ont une amplitude très importante (0,1 pixel), pour une erreur aléatoire proche de celle mesurée pour un déplacement de la platine dans le plan d'observation. Cette forte amplitude de l'erreur est liée encore une fois essentiellement au

marquage, mais également par le mode d'acquisition des images MEB qui tend à sous échantillonner le signal (par rapport à une acquisition optique) Si, comme nous l'avons discuté, le marquage assuré par la topographie des grains de calcite garantit un bon contraste local de par son irrégularité, il peut néanmoins induire une forte incertitude lors de l'interpolation. Au sein des agrégats microporeux, ce contraste est marqué, au sein d'un même domaine, par des fluctuations fortes des niveaux de gris entre deux pixels. L'impact de ces fortes fluctuations peut toutefois être minimisé en dégradant la mise au point avant l'acquisition d'une image. Nous verrons que ces bandes de Moiré n'affectent finalement que très peu la cartographie de déformation des images acquises en cours d'essai. Les zones d'observation tendent à se déformer de façon suffisamment hétérogène et localisée pour masquer cette erreur.

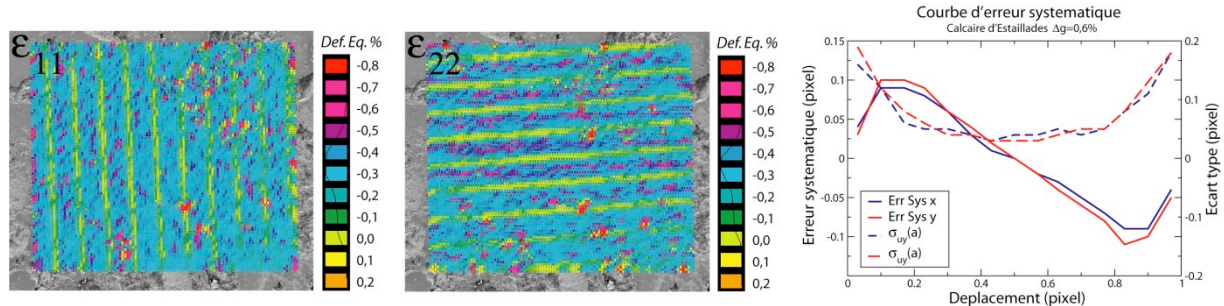


Figure 6.10 : Carte de la déformation axiale et transverse mesurée sur le carbonate pour une variation de grandissement de 0,6% et mise en évidence des bandes de Moiré. Courbes d'erreurs systématique et d'écart type associés calculées à partir de l'analyse corrélée à la valeur fractionnaire a du déplacement.

6.5. Effets d'échelles et mécanismes de déformation du carbonate

6.5.1. Réponse mécanique des échantillons macroscopiques

a) Remarques préliminaires sur la pertinence des résultats.

Comme nous l'avons évoqué dans la section 6.3.1, deux essais sur échantillons macroscopiques de carbonate d'Estailades ont été réalisés. Bien que conduit dans les mêmes conditions, les résultats du dépouillement de ces essais se révèlent toutefois assez différents.

Les résultats du traitement d'images acquises à l'échelle macroscopique a permis de rendre compte d'un défaut de parallélisme du deuxième échantillon testé. Bien que la déformation axiale calculée à partir de la réponse du LVDT, soit cohérente entre les deux expériences, une anomalie apparaît sur les cartes de déformation. Comme l'illustre la figure 6.11, la déformation globale calculée dans la direction de compression n'excède pas $5 \cdot 10^{-3}\%$ et son évolution montre une inversion surprenante au cours du chargement. Au regard des cartes de déformation équivalente, il apparaît clairement que le champ de déformation calculé présente une forte hétérogénéité. Une analyse fine des images montre que la surface d'observation de l'échantillon n'est pas parfaitement au contact de

l'embase inférieure de la presse au début de l'expérience. Cela a pour effet de créer une hétérogénéité du champ de contrainte au sein de l'échantillon, induisant un effet de cône et faisant apparaître localement des mécanismes extensifs dans la direction de compression. Cet effet peut également être lié à un léger basculement de l'échantillon, hors du plan d'observation, et induisant une variation de grandissement entre les extrémités de celui-ci. Il est toutefois délicat d'apporter plus de précisions sur les résultats obtenus à cette échelle, car les déformations calculées sont du même ordre de grandeur que les incertitudes de la méthode de corrélation. Nous avons vérifié par une évaluation des variations de grandissement, liée au mouvement hors plan que cette explication est plausible.

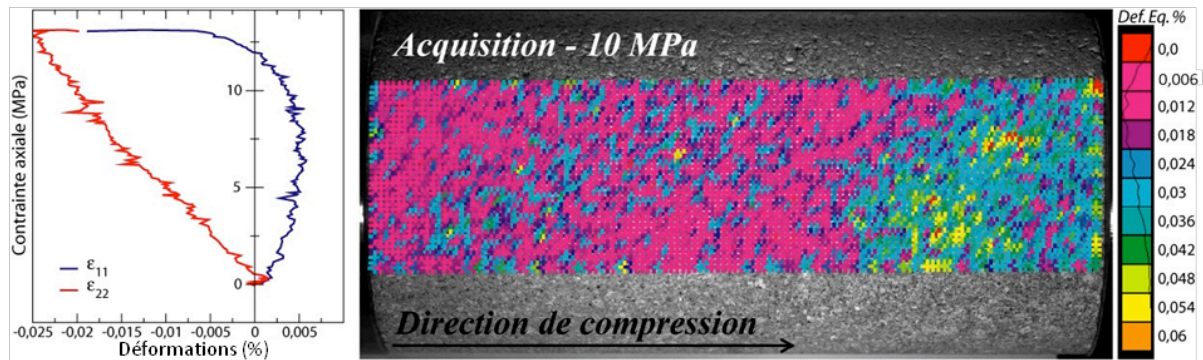


Figure 6.11 : Déformations axiales et transverses moyennées sur la zone d'analyse mesurées à l'échelle macroscopique sur le deuxième échantillon de carbonate testé et cartographie des déformations locale obtenues par le schéma d'intégration 2, soit une base de mesure de 130 pixels.

Toutefois, si l'on en juge par la cohérence, entre les deux échantillons, des mesures de déformations calculées à partir de la réponse du LVDT et celle des valeurs de contraintes à la rupture, il semble que ce défaut d'usinage n'affecte que très peu le comportement mécanique de l'échantillon dans son ensemble. L'analyse des cartographies de déformations des images acquises à l'échelle microscopique peut se révéler pertinente ; en gardant à l'esprit que les valeurs calculées peuvent être entachées d'une incertitude liée à une légère variation de grandissement due au probable basculement de l'échantillon en cours d'essai.

b) Cohérence des mesures entre les différentes échelles d'observations.

Les résultats du traitement des images acquises aux deux échelles sur le premier échantillon de carbonate sont présentés dans la figure 6.12. En raison de la petite surface d'observation que constitue le méplat, les déformations globales à l'échelle macroscopique sont intégrées sur deux zones, l'une couvrant uniquement le méplat (en vert), la seconde couvrant l'ensemble méplat et surface bombée de l'échantillon (en rouge). L'éclairage n'étant pas optimal sur les bords de l'échantillon, cette seconde zone est choisie de façon à ne pas induire un biais trop important sur la mesure de déformation globale, qui nous le rappelons est calculé par intégration sur le contour de la zone. Il est par ailleurs nécessaire de vérifier la cohérence entre les mesures intégrées uniquement sur

le méplat et sur l'ensemble de l'échantillon. En effet, Valès (2008) montre que des artefacts peuvent survenir au niveau de la partie bombée de l'échantillon, liés en premier lieu à des erreurs de grandissement, associables à de faibles rotations lors de la mise en place initiale.

Les résultats présentés sont obtenus par intégration sur le contour sur des zones : Méplat (en vert), intégralité de l'échantillon raisonnablement choisie en fonction de la courbure de l'échantillon (en rouge) et la fenêtre d'observation microscopique. L'impact du méplat semble négligeable, les deux courbes associées à la surface d'observation macroscopique étant parfaitement confondues. De plus, ces résultats montrent une bonne cohérence entre les déformations calculées aux deux échelles d'observation. Néanmoins, les fortes incertitudes liées au défaut d'application de mouchetis rendent la mesure beaucoup plus bruitée à l'échelle microscopique.

Comme nous l'avons signalé en introduction de ce chapitre, les faibles déformations accommodées par les matériaux géologiques constituent une limite majeure de la technique de corrélation d'image. La validation de la technique de corrélation mise en œuvre dans cette étude est rendue possible par la confrontation des valeurs de déformations axiales globales calculées aux mesures par le LVDT. Comme le montre la figure 6.12, à la contrainte de rupture de l'échantillon (16,4MPa), on observe un facteur 3,5 entre ces deux valeurs. Cette différence s'explique par les artefacts de mesure inhérents aux jauges LVDT abordés dans le chapitre 2. En effet, celles-ci prennent en compte, d'une part, le délai de mise en place d'un contact correct entre les embases et l'échantillon ; et d'autre part, les déformations du dispositif expérimental au cours du chargement. A l'inverse, la corrélation d'images ne prend en compte, dans le cas des observations macroscopiques, que la réponse de l'échantillon à l'échelle globale, mais peut être entachée d'erreurs liées à la stabilité géométrique du montage.

Il est alors possible à ce niveau de l'étude de recalculer une valeur plus précise du module d'Young et du coefficient de Poisson pour le carbonate d'Estailades.

La valeur des pentes diffère d'un facteur 2,2 entre la mesure de LVDT et la mesure globale. La première mesure donne une valeur du module d'Young de 5,9GPa, cohérente avec la moyenne des valeurs calculées lors des essais de compression uniaxiale décrits dans le chapitre 4 (Tableau 4.3). La seconde mesure donne une valeur du module d'Young de 13,1GPa et un coefficient de Poisson de l'ordre de 0,25.

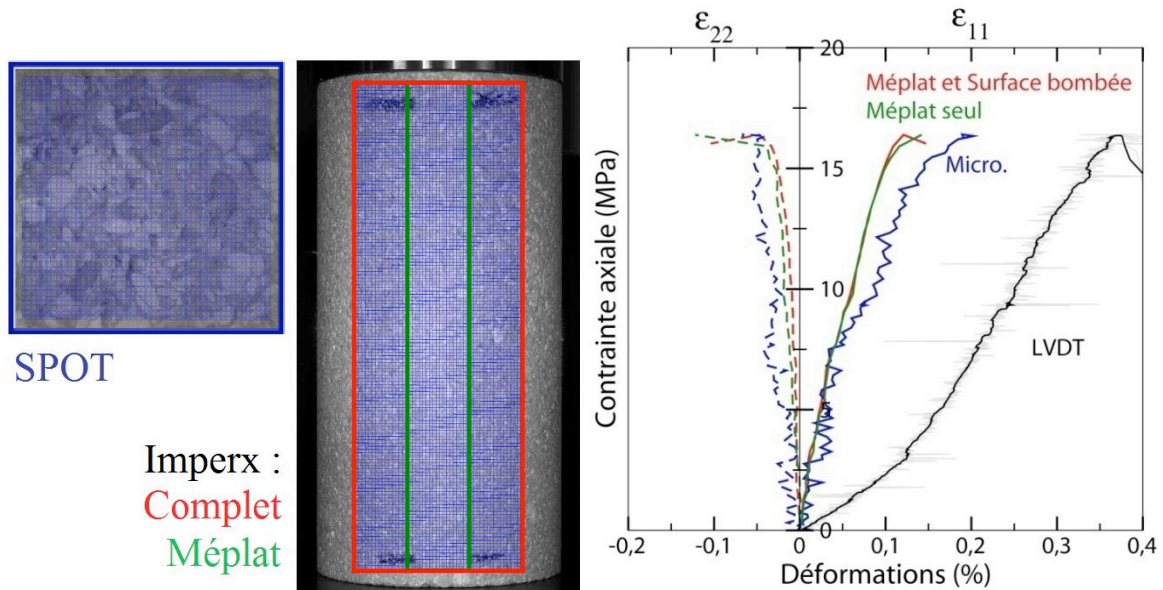


Figure 6.12 : Déformations axiales et transverses mesurées aux échelles d'observation macroscopique (courbes et domaines verts et rouges) et microscopique (courbes et domaine bleus) au cours du premier essai; et déformation axiale calculée à partir de la réponse du LVDT (courbe noire) en fonction de la contrainte axiale appliquée.

c) Champs de déformations à l'échelle macroscopique.

La figure 6.13 présente les cartes du champ de déformations mesurées à quatre étapes de la sollicitation dans la configuration couvrant une zone la plus large possible à la surface de l'échantillon, c'est-à-dire intégrant la courbure de l'échantillon (voir domaine rouge de la figure 6.12). L'image A confirme les observations précédentes. Lors de l'établissement du contact entre les embases et l'échantillon, celui-ci se déforme très peu. Avec l'augmentation de la contrainte, on observe le développement d'une lentille dans laquelle la déformation va se concentrer. Cette lentille évolue à l'image C et génère un gradient de déformation le long de l'échantillon. Dans la partie supérieure, les déformations équivalentes mesurées localement sont dix fois supérieures à celles dans la partie inférieure. La carte de l'image D, acquise à l'initiation de la dilatance, montre que la fracture macroscopique tend à se propager dans les zones d'accumulation de déformation.

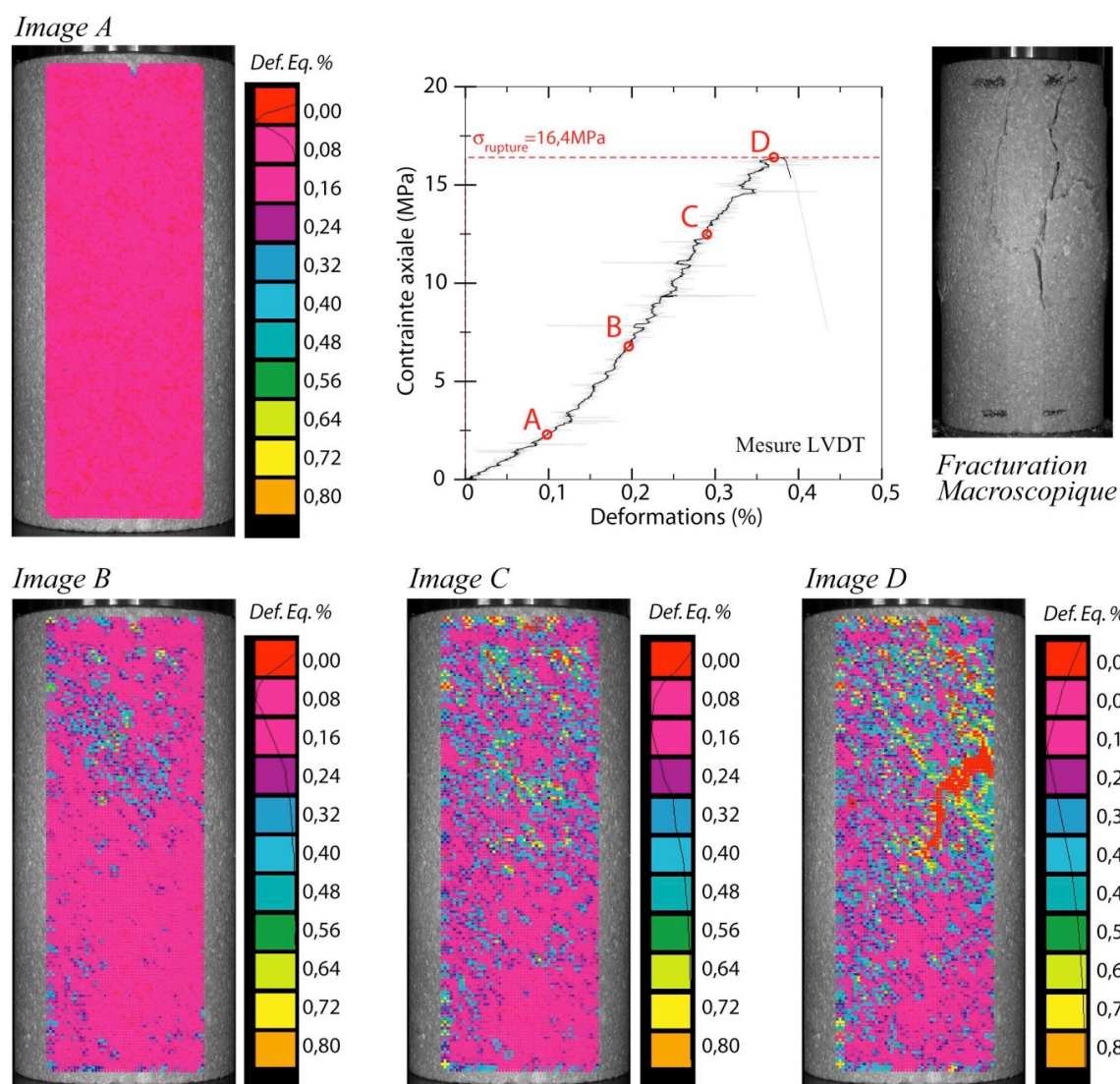


Figure 6.13 : Cartes de déformations équivalentes mesurée macroscopiquement et superposées à l'image de référence, pour 4 instants repérés sur la courbe contrainte-déformation (base de mesure 130 pixels). Par souci de comparaison, les échelles des cartes sont maintenues constantes entre 0 et 0,8% de déformation.

La quantification des hétérogénéités peut également être approchée par l'intégration des déformations sur le contour de zones définies lors de l'initialisation de la grille. La figure 6.14 illustre les variations de déformations dans les directions de compression et transverse en fonction de la zone considérée sur l'échantillon. Ces zones sont sélectionnées de façon à partitionner la grille initiale en quatre domaines couvrant le méplat. Les courbes sont confondues jusqu'à environ 3 MPa et tendent à diverger avec l'augmentation de la contrainte axiale. Ce résultat conforte les observations des champs de déformations. La déformation axiale mesurée dans la zone proche de la zone de propagation de la fracture (zone bleue sur la figure 6.12) est trois fois supérieure à celle mesurée dans la partie basse de l'échantillon.

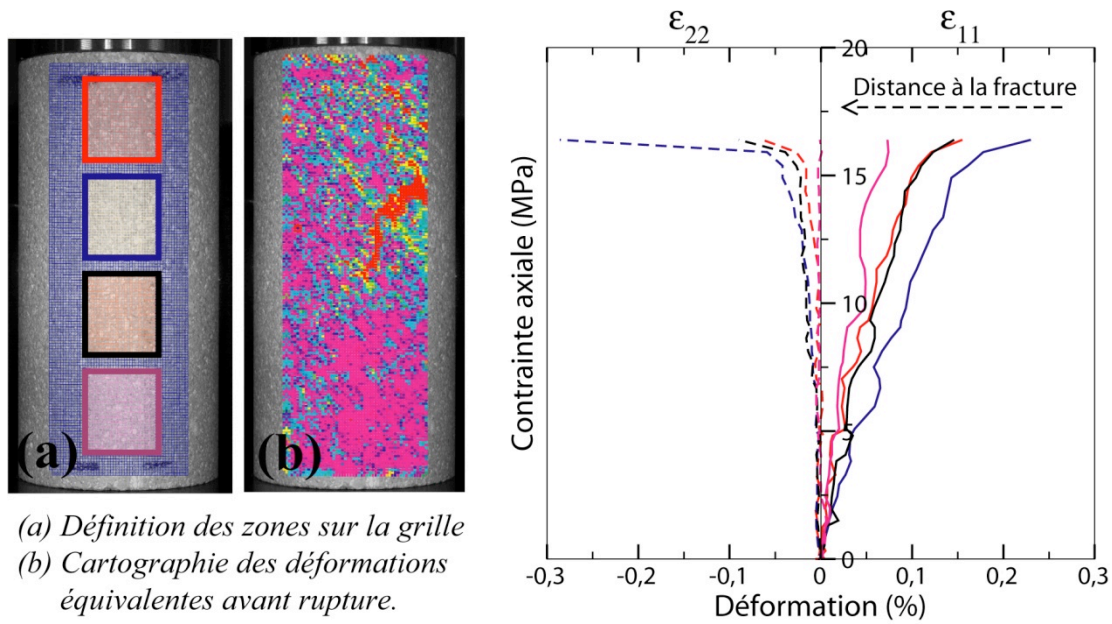


Figure 6.14 : Evolution des déformations axiales et transverses mesurées sur le contour des quatre zones définies sur l'image (a) en fonction de la contrainte axiale appliquée. L'image (b) correspond à la carte de déformation mesurée avant la rupture de l'échantillon.

Au premier ordre, cette déformation plus intense est corrélable avec la présence d'un amas d'agrégats de grains de calcite plus dense dans la zone centrale de l'échantillon, comme illustré dans la figure 6.15. La partie inférieure de l'échantillon présente une distribution plus homogène d'agrégats denses et microporeux. A l'échelle de l'échantillon, ce type de structure induirait une forte hétérogénéité de densité et serait donc à l'origine d'une compaction plus localisée dans les zones de plus fort contraste de densité.

Cette observation ne se limite toutefois qu'à la surface de l'échantillon et il faudrait pouvoir prendre en compte l'extension volumique de ce patch pour comprendre plus précisément son impact sur la localisation en surface.

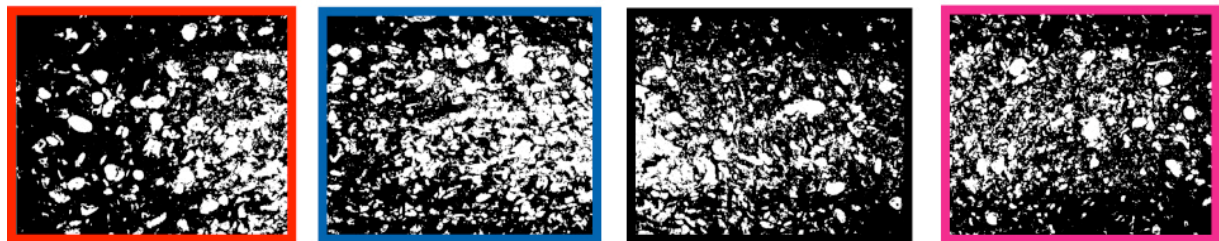


Figure 6.15 : Seuilage des niveaux de gris correspondant aux agrégats denses, qui apparaissent ici en blanc, pour chacun des 4 domaines défini dans la Figure 6.12.

d) Champs de déformation à l'échelle microscopique

Comme nous l'avons vu, les champs de déformation globaux montrent une localisation induite par des hétérogénéités de densité du matériau. On cherche ici à rendre compte de la réponse mécanique de l'échantillon à l'échelle d'un amas d'agrégats et de caractériser à cette échelle l'apparition éventuelle de mécanismes de déformation. Néanmoins, les observations à cette échelle restent tributaires des hétérogénéités à l'échelle macroscopique. En effet, la surface considérée ne représente que 2% de la surface globale de l'échantillon et par conséquent peut se situer dans une zone peu déformée. La pertinence du positionnement de la zone d'observation est plus ou moins arbitraire, mais celui-ci peut être choisi en fonction d'une hétérogénéité caractéristique apparaissant à cette échelle.

En raison d'une plus forte incertitude sur la mesure des champs de déplacement liée aux défauts de marquage, la zone microscopique analysée lors du premier essai ne présente pas d'évidence de localisation. Comme le montrait la figure 6.14, les déformations enregistrées ne sont représentatives que du comportement global, la zone d'étude se déforme alors de façon homogène.

Nous focalisons sur les résultats obtenus lors du second essai, sous l'hypothèse que le défaut d'usinage de l'échantillon affecte peu les mesures sur la face d'observation microscopique. La figure 6.16 présente les évolutions de déformation axiale (ϵ_{11}) et transverse (ϵ_{22}) à la direction de compression mesurée sur une zone de 7,5 sur 7,5mm. L'aire d'observation a été choisie de façon à considérer une zone dans laquelle l'hétérogénéité structurale est assez marquée. Dans la partie basse ($\sim 3mm$), on observe une majorité d'agrégats denses. La partie centrale (entre 3 et 5mm) est constituée essentiellement d'agrégats microporeux. Enfin, dans la partie supérieure de l'image, les deux phases sont présentes en proportions équivalentes. Les évolutions des déformations mesurées dans cette zone traduisent un comportement assez différent de celui enregistré à l'échelle globale dans le cas du premier essai. Lorsque la charge axiale atteint 8MPa, on observe une perte de linéarité dans la réponse mécanique (voir figure 6.16). Les déformations transverses augmentent alors fortement, signe d'une dilatation importante de la zone d'étude.

La figure 6.17 présente les cartes de déformation équivalentes mesurées à 5 étapes de la sollicitation. Comme observé lors des observations macroscopiques, la zone d'étude n'enregistre pas de localisation nette de la déformation avant 3MPa (image A). Durant toute la phase élastique, le champ de déformation reste homogène, et ce, indépendamment des hétérogénéités de structure. Lorsque la contrainte atteint 8MPa, soit la contrainte correspondant à la perte de linéarité de la réponse mécanique, différents événements de localisation se mettent en place. En premier lieu, les déformations tendent à se localiser dans le bas de l'image (Zone I), elles sont liées à l'ouverture d'une zone de faiblesse entre les agrégats denses et oblique à la direction de chargement. Visible sur l'image C, un deuxième événement de localisation a lieu plus haut dans l'image (zone II), une nouvelle fois à l'interface entre deux agrégats de densité différente. Il est à noter que l'on observe une légère

concentration de déformation à gauche de l'image, qui préfigure l'ouverture d'une fracture qui traverse la quasi-totalité de l'image (Zone III) peu avant que la contrainte à la rupture soit atteinte. Une forte relaxation de contrainte macroscopique est alors enregistrée, associée à la jonction des différentes microfissures s'ouvrant durant le chargement. Cette relaxation suggère le même type de phénomènes ailleurs dans l'échantillon et une certaine homogénéité de l'endommagement de l'échantillon à l'échelle macroscopique.

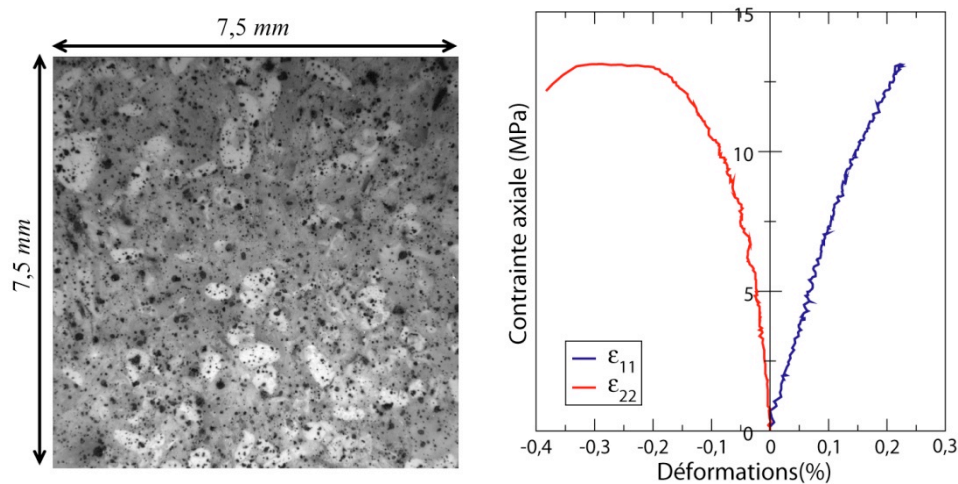


Figure 6.16 : Image de la zone d'étude à l'échelle microscopique et évolutions des déformations axiales et transverses moyennées sur l'ensemble de la zone d'observation, au cours de la sollicitation.

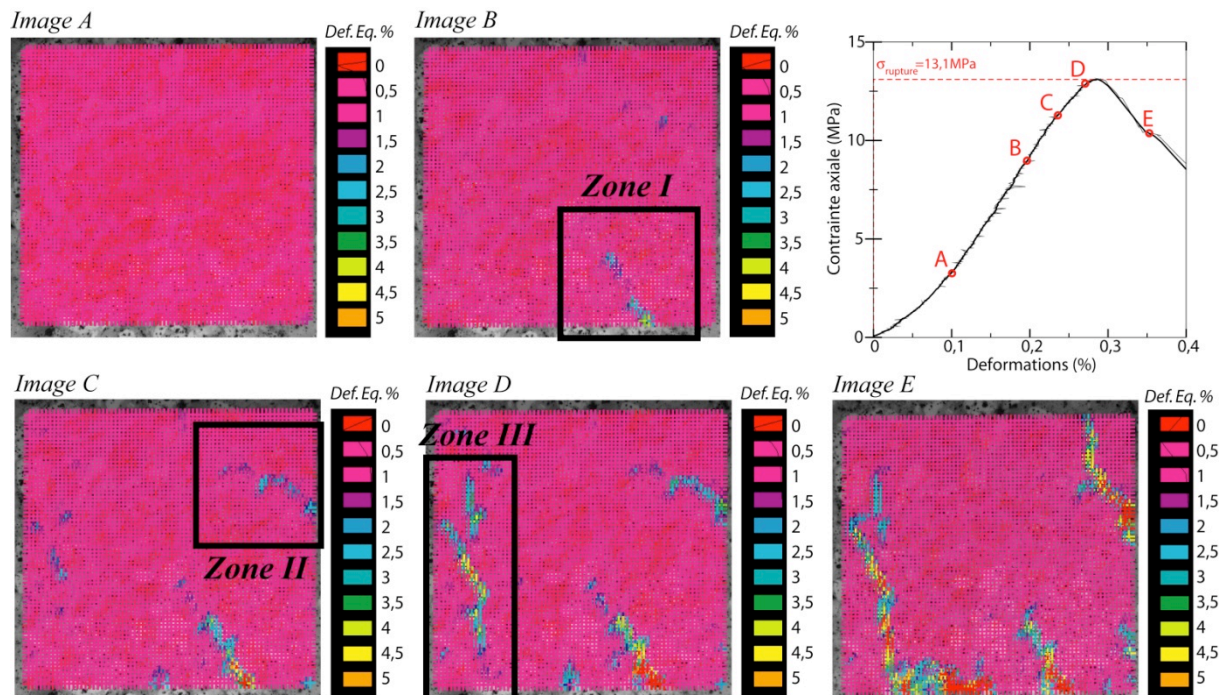


Figure 6.17 : Cartes des déformations équivalentes mesurée microscopiquement et superposées à l'image de référence, pour 5 instants repérés sur la courbe contrainte/déformation (base de mesure 36 pixels). Par souci de comparaison, les échelles des cartes sont maintenues constantes entre 0 et 5% de déformation.

Néanmoins, ce dernier épisode de relaxation de contrainte, ne conditionne pas l'orientation de la fissure macroscopique traversant l'échantillon. Comme le montre la figure 6.18, il apparaît clairement que l'ouverture liée à la fracturation de l'échantillon se propage entre deux points inclus dans les zones I et II. L'ouverture de la première microfissure mise en place dans la zone I augmente progressivement au cours de la sollicitation. Cependant, celle-ci ne se propage pas plus haut sur l'image, car elle semble limitée par un agrégat plus dense visible sur la figure 6.18.b.

Par ailleurs, après la première relaxation, cette zone n'est pas affectée par un rejeu sur la microfissure (image E de la figure 6.17). La fissure macroscopique tendrait donc à se propager préférentiellement à travers cette zone dans laquelle les contraintes locales sont plus importantes. La libération de l'énergie élastique emmagasinée en tête de microfissure au cours du chargement, peut alors être suffisante pour fracturer l'agrégat dense.

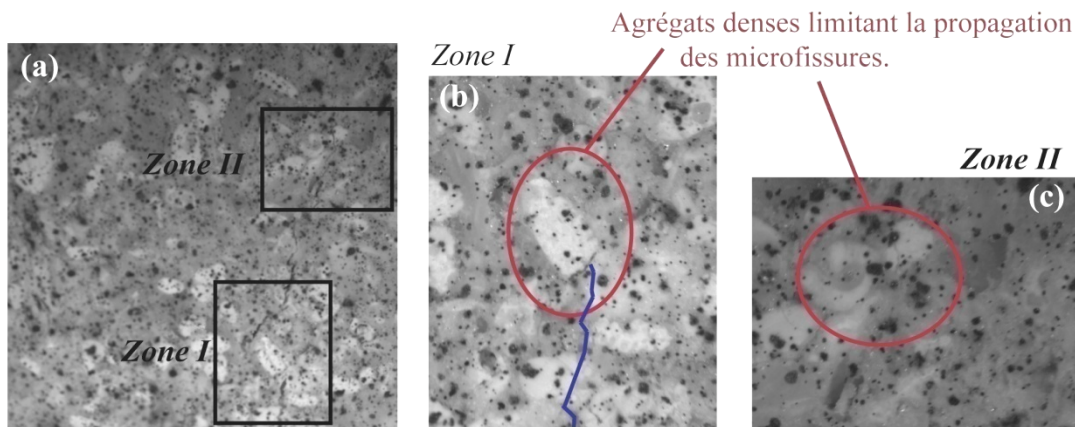


Figure 6.18 : (a) Image de la fracture macroscopique passant au travers de la zone d'étude; (b) et (c) grossissement des zones I et II définies dans la figure 6.17. et affectée par le passage de la fissure. Le trait bleu sur l'image (b) souligne l'orientation de la première microfissure mise en place.

6.5.2. Mécanismes de déformation à l'échelle de la microstructure

a) Réalisation des essais in-situ sous MEB

Trois essais in-situ ont été réalisés sur le carbonate d'Estailades. Toutefois, nous présenterons dans cette partie une sélection d'images pertinentes, en vue de l'identification des mécanismes de déformation et d'endommagement à l'échelle de la microstructure uniquement sur les essais 2 et 3. Le premier essai n'a pas été réalisé dans des conditions satisfaisantes en vue d'un bon traitement d'images. Tout d'abord, de nombreux résidus de polissage en surface d'échantillon ont eu tendance à créer des mouvements parasites à la surface entre les différentes images. De plus, la couche métallique déposée sur l'échantillon n'était pas suffisamment épaisse induisant de nombreux problèmes de charge électronique et de saturation à la surface. Toutefois, cet essai a permis de

déterminer une valeur de contrainte à la rupture de 21MPa (soit 620kN) qui a servi de valeur de référence quant à l'application des incréments de charge pour les essais suivants.

Les conditions de chargement des essais 2 et 3 sont synthétisées dans la figure 6.19. La contrainte a été augmentée par palier. Pour chaque palier de contrainte, on acquiert respectivement 10 et 6 images lors des essais 2 et 3. Afin de travailler à plusieurs échelles d'observation, les grossissements utilisés varient entre $\times 40$, $\times 80$ et $\times 160$.

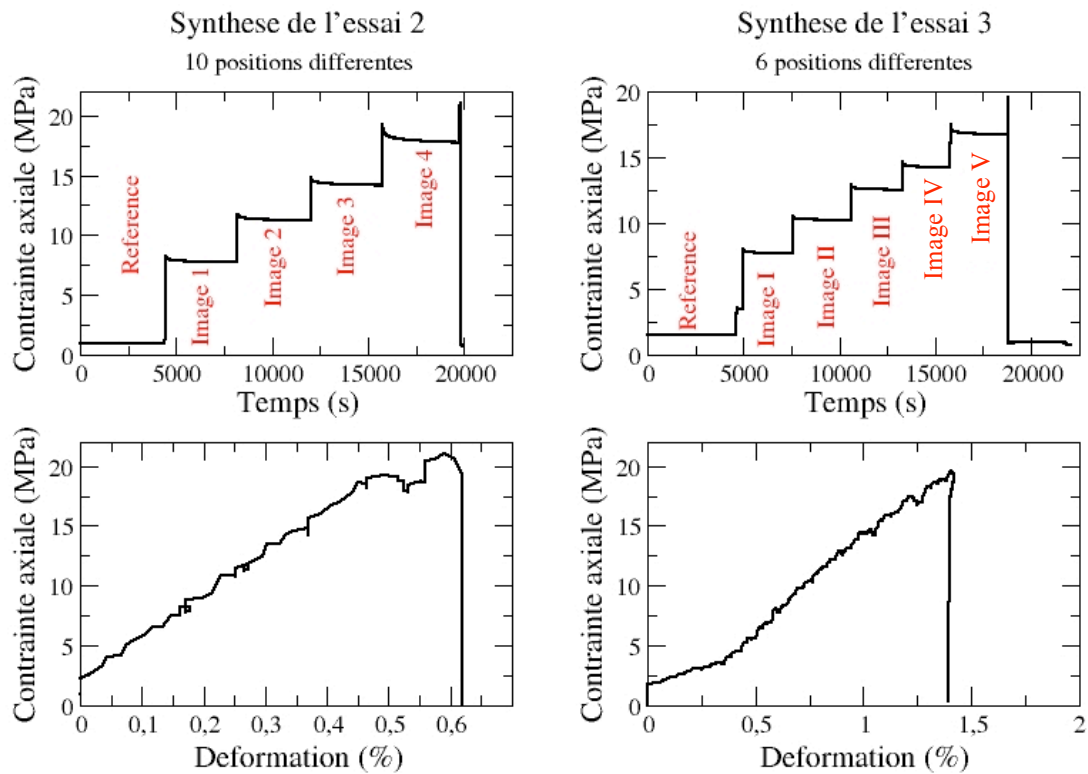


Figure 6.19 : Synthèse des essais in-situ 2 et 3 réalisés sur le carbonate d'Estailades. Pour chaque palier de pression, le set d'images acquises est reporté. On entend ici par le terme 'Image', l'acquisition des images pour l'ensemble des positions et grossissements sélectionnés en début d'essai. Les déformations reportées sont calculées à partir de la réponse du LVDT.

Malgré la petite taille des échantillons, les essais semblent assez reproductibles. En effet, pour les trois essais, il est intéressant de constater que la contrainte à rupture est toujours comprise entre 20 et 21MPa . Les déformations calculées à partir de la réponse du LVDT montrent une plus forte variabilité, qui peut s'expliquer par deux facteurs. Le premier est lié aux conditions expérimentales et à l'incertitude sur la mesure par LVDT. La réponse du LVDT au début de l'essai 3 traduit clairement le délai de mise en place du contact correct entre l'échantillon et l'embase. Le second est lié à la nature même du carbonate. Comme nous l'avons vu au travers des expériences macroscopiques, les hétérogénéités structurales d'échelle centimétrique à pluricentimétrique peuvent induire des inhomogénéités du champ de déformation à travers l'échantillon. Il est évident que compte tenu de la taille des échantillons préparés pour les expériences in-situ, leur microstructure et surtout la proportion de chacune des phases en présence peuvent varier. La figure 6.20 offre une illustration de

cette différence de structure. L'échantillon 2 est constitué d'une majorité d'agrégats denses, phase minoritaire dans l'échantillon 3, pour lequel la proportion d'agrégats microporeux est plus importante.

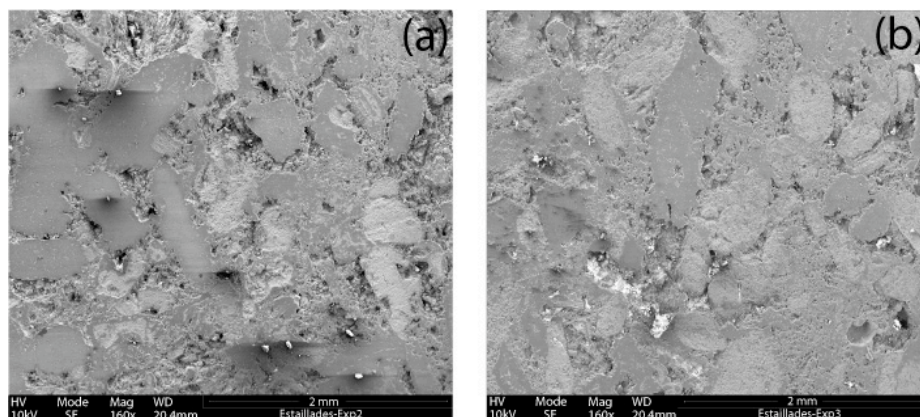


Figure 6.20 : Images MEB des échantillons utilisés lors des essais 2 (a) et 3 (b) obtenues à grandissement X40. L'image couvre une zone de 4x4mm caractéristique de la composition globale de la surface de l'échantillon.

b) Identification des mécanismes à l'échelle du grain

L'objectif de cette partie n'est pas de présenter de manière exhaustive les cartographies de déformations obtenues pour le traitement de l'ensemble des images, mais de rendre compte des mécanismes mis en jeu à l'échelle de la microstructure pouvant avoir un impact sur les déformations à plus grande échelle. Par conséquent, trois exemples pertinents ont été sélectionnés, afin d'une part, de confronter les observations faites aux échelles de la microstructure accessibles au MEB aux résultats des analyses optiques macroscopique et microscopique, et d'autre part, de compléter ces informations par une analyse plus fine des mécanismes mis en jeu à l'échelle de quelques agrégats.

La figure 6.25. présente les cartographies de déformations équivalentes calculées sur une série d'images acquises à grandissement X40. La taille de la zone d'étude est de 3x2mm, ce qui permet d'analyser une surface comparable à celle de la zone obtenue en microscopie optique, avec une résolution d'image beaucoup plus fine.

Les cartographies mettent clairement en évidence l'évolution progressive d'une localisation de la déformation qui apparaît dès le début du chargement, à l'interface entre les agrégats denses dans une zone où la porosité est plus importante. La localisation s'exprime essentiellement par l'ouverture d'une microfissure (au centre de l'image), dont la forme sinueuse est conditionnée par la géométrie des agrégats. Quelques localisations de moindre amplitude apparaissent aux interfaces des agrégats, qui constituent un cluster plus dense sur la partie gauche de l'image. En revanche, aucun évènement de localisation n'est visible au sein des quelques agrégats microporeux.

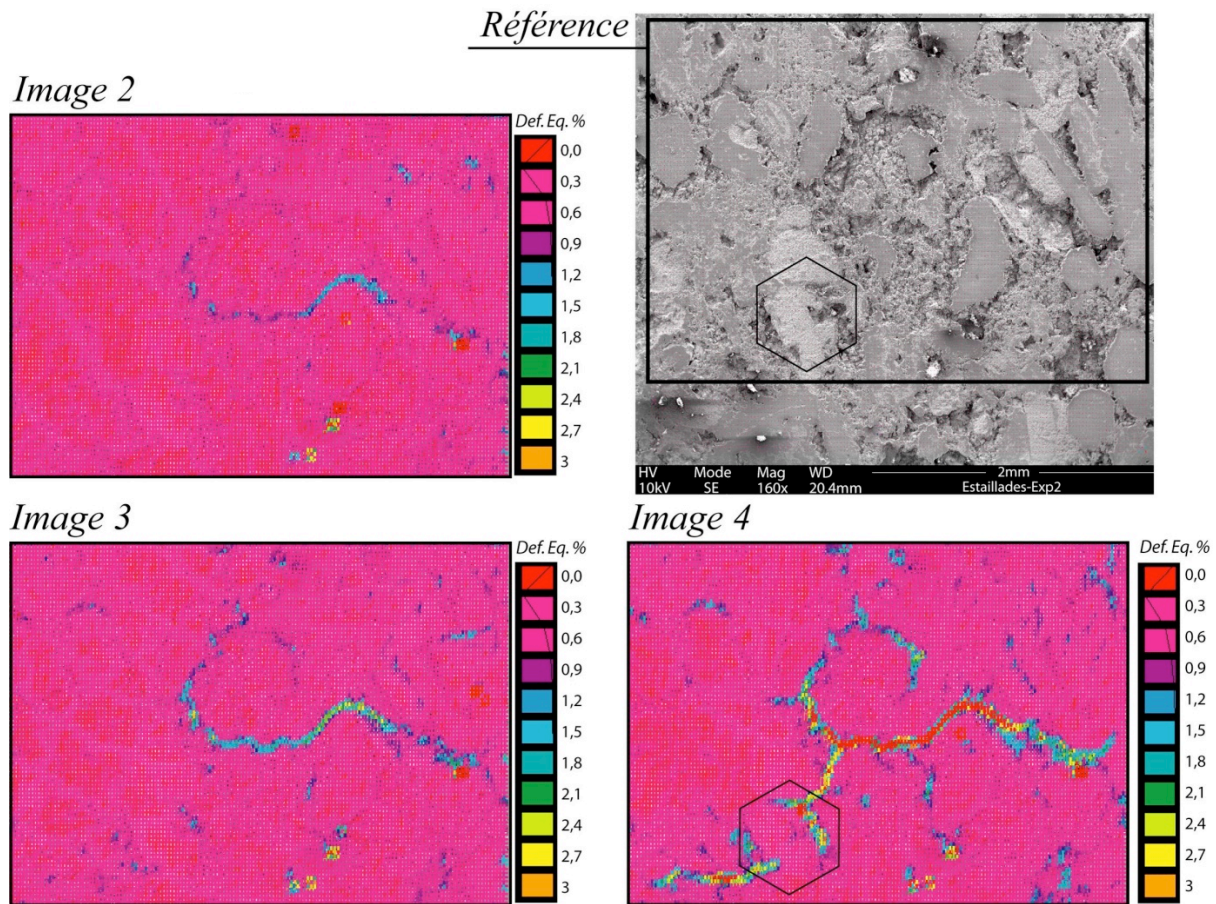


Figure 6.21 : Cartes des déformations équivalentes mesurées à partir d'images MEB acquises à grandissement x40, pendant l'essai 2, à 3 instants de la sollicitation référencés sur la figure 6.19 (base de mesure 60 pixels). La zone d'étude est reportée sur l'image acquise à l'état de référence. L'axe de compression est horizontal.

L'image 3 montre que la propagation de la microfissure n'est pas instantanée, mais se fait graduellement en suivant les zones de plus faible résistance. On observe également un mouvement local plus important dans la zone la plus tortueuse de la fissure.

Le dernier palier de chargement fait l'objet d'une relaxation de contrainte plus importante que les paliers précédents. Comme le montre l'image 4, cette relaxation est liée à une ouverture importante de la zone centrale. Les niveaux de déformations¹ mesurés sont localement supérieurs à 10%, soit un déplacement relatif des lèvres de la fissure d'environ 6 pixels, et sont à l'origine de l'apparition d'une nouvelle ramification de la fissure principale se propageant au sein d'une zone moins résistante.

On remarque également que la microfissure ne se propage pas au sein de l'agrégat microporeux qu'elle rencontre, bien qu'une nouvelle fissure s'ouvre en aval de celui-ci (zone symbolisée par un hexagone sur l'image de référence de la figure 6.21). Ceci s'explique par la structure interne de ces agrégats qui permet une accommodation beaucoup plus diffuse de la déformation. La plus faible cohésion des grains de calcite micrométriques constitutifs de ce type d'agrégats assure probablement une meilleure accommodation de la déformation liée au passage de la fracture. Le même type de mécanisme avait été mis en évidence lors de l'analyse post-mortem de l'échantillon soumis à un

¹ : La déformation est ici définie de manière locale, c'est à dire au point de mesure considéré.

chemin de chargement $K=0,25$ (cf. figure 4.30). A cette échelle, les agrégats microporeux permettent d'absorber une grande partie de la déformation et d'assurer une bonne cohésion du matériau.

S'il semble évident que la fracturation n'affecte que très peu la structure des agrégats microporeux, ceux-ci sont capables de localiser une partie de la déformation macroscopique tout au long de la sollicitation. La figure 6.22 permet de rendre compte de la nature de ces localisations à l'échelle de quelques grains. La zone considérée représente ici une surface inférieure à 1mm^2 , constitué de deux agrégats microporeux et d'un amas d'agrégats plus denses dont les contours sont mal définis. Nous montrons également à travers cet exemple, l'intérêt de la projection de la cartographie de déformations sur la microstructure pour justifier que les déformations locales mesurées sont effectivement liées à des mouvements relatif des grains, plutôt qu'à des artefacts de l'image. Sur la figure 6.22, la zone symbolisée par un cercle correspond à une zone de forte porosité dans laquelle on mesure une inhomogénéité des champs de déformation. Ce type de structure peut être le lieu d'accumulation de charge importante, et donc induire une forte fluctuation du contraste et de la brillance locale entre deux images. Une analyse fine montre que cette zone de plus forte porosité est effectivement le lieu de mouvements plus importants des grains en périphérie.

Comme le montre clairement la cartographie des déformations de l'image 2, l'interface entre deux agrégats microporeux peut être également le lieu d'une forte localisation de la déformation, et ce, à un stade précoce de la sollicitation. Comme nous l'avons vu dans la section 4.2, certains de ces agrégats sont entourés d'une couronne discontinue de grains de calcite d'une cinquantaine de microns. Cette couronne est bien visible sur l'image de référence ; celle-ci est marquée par une couche plus foncée autour de l'agrégat. L'organisation des grains de calcite au sein de cette couronne confère une porosité plus prononcée et ouverte entre les agrégats microporeux. Par conséquent, la déformation se localise préférentiellement dans ces zones à gros grains, avec peu de contacts et porosité beaucoup plus grossière. C'est, en effet, à l'interface entre deux de ces structures que l'on observe la propagation d'une fissure sur les différentes cartographies de la figure 6.22.

Un autre type de mécanisme, peut être mis en évidence. Celui-ci affecte l'un des agrégats microporeux dès le début de la sollicitation (repéré par l'évènement 1 sur l'image 2). Il s'agit d'un mécanisme purement compactant, lié à la fermeture d'une structure poreuse locale préexistante au sein de l'agrégat. Ces 'ouvertures' se retrouvent fréquemment au sein des agrégats microporeux, mais on constate toutefois que seules celles orientées perpendiculairement à la direction de chargement subissent une fermeture.

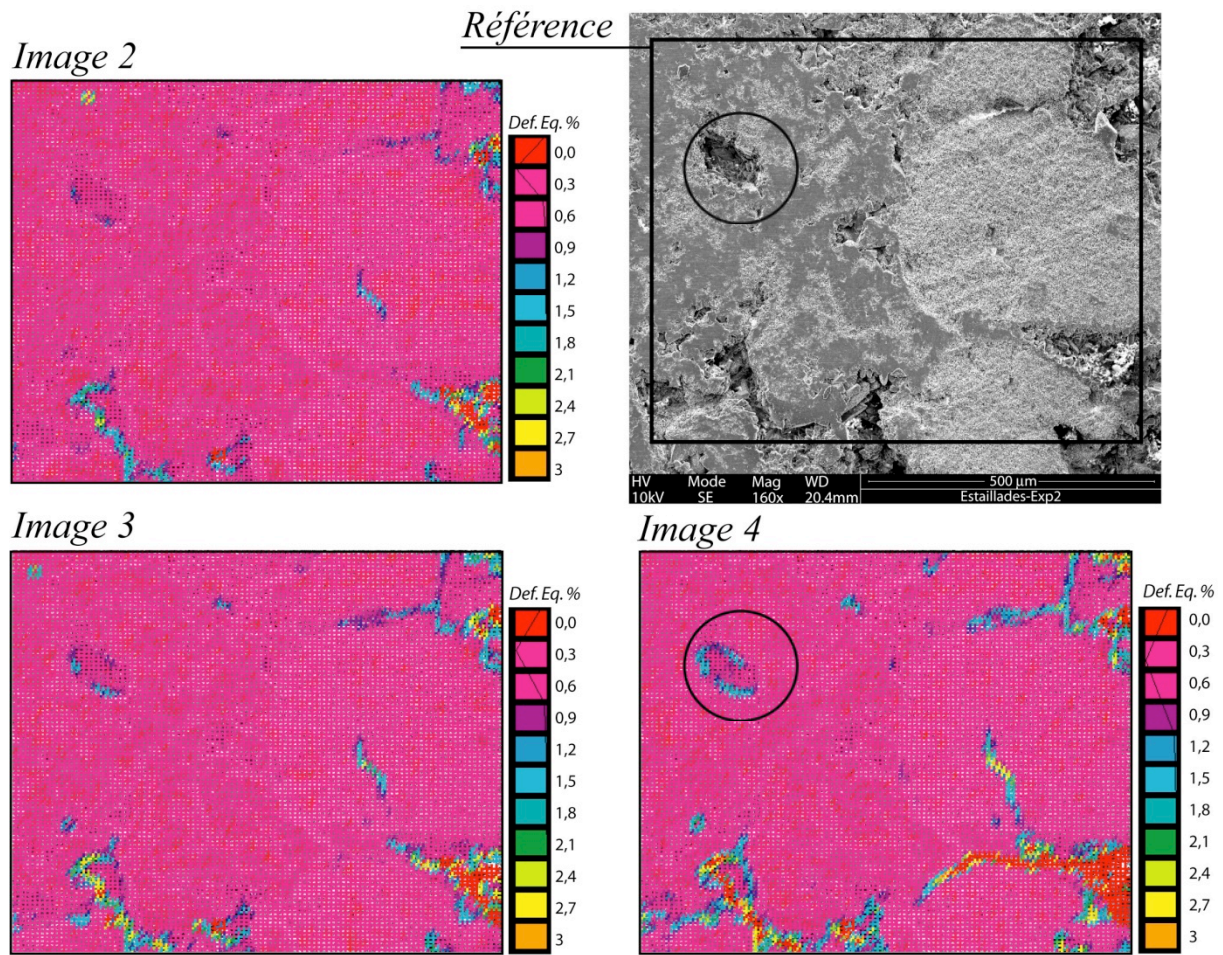


Figure 6.22 : Cartes des déformations équivalentes mesurées à partir d'images MEB acquises à grandissement X160, pendant l'essai 2, à 3 instants de la sollicitation référencés sur la figure 6.19. (base de mesure 60 pixels). La zone d'étude est reportée sur l'image acquise à l'état de référence. La compression est orientée de la droite vers la gauche des images.

La figure 6.23 offre une bonne illustration de la chronologie de mise en place des évènements de localisation. Les cartes de déformations ont été acquises durant l'essai 3 à grandissement X160. Au centre de l'image de référence, se situe un agrégat microporeux traversé par une ouverture orienté obliquement à la direction de chargement.

Comme le montre l'image II, l'ouverture transverse à l'agrégat microporeux central n'est l'objet d'aucune localisation tout au long du chargement. En revanche, on observe dès le début de la sollicitation, une forte compaction au sein du même type d'agrégat référencé 1. Ceci indique que seules les structures 'parfaitement' perpendiculaires à direction d'application de la charge sont affectées par la compaction. A cette étape précoce du chargement, la déformation locale dans cette zone est de l'ordre de 1,5% comme observé dans le même type de structure. La compaction de cette zone est très importante jusqu'au troisième palier de chargement, pour lequel elle atteint sa valeur de déformation finale d'environ 2,7%. Conjointement à cette compaction, un second évènement de compaction apparaît plus tardivement dans l'agrégat situé au dessus.

Sur l'image IV, les deux zones se compactant dans les agrégats microporeux ont atteint leur niveau de déformation maximum. C'est alors qu'apparaît de façon synchrone l'ouverture d'une fissure dans la zone de faiblesse traversant l'agrégat dense (référence 2) et un glissement aux interfaces d'agrégats (référence 3). Ce sont ces deux structures qui localisent alors la déformation lors de la dernière augmentation de contrainte. Une nouvelle fois, bien que l'ouverture engendre localement des déformations supérieures à 10%, la fissure ne se propage pas au sein de l'agrégat microporeux central.

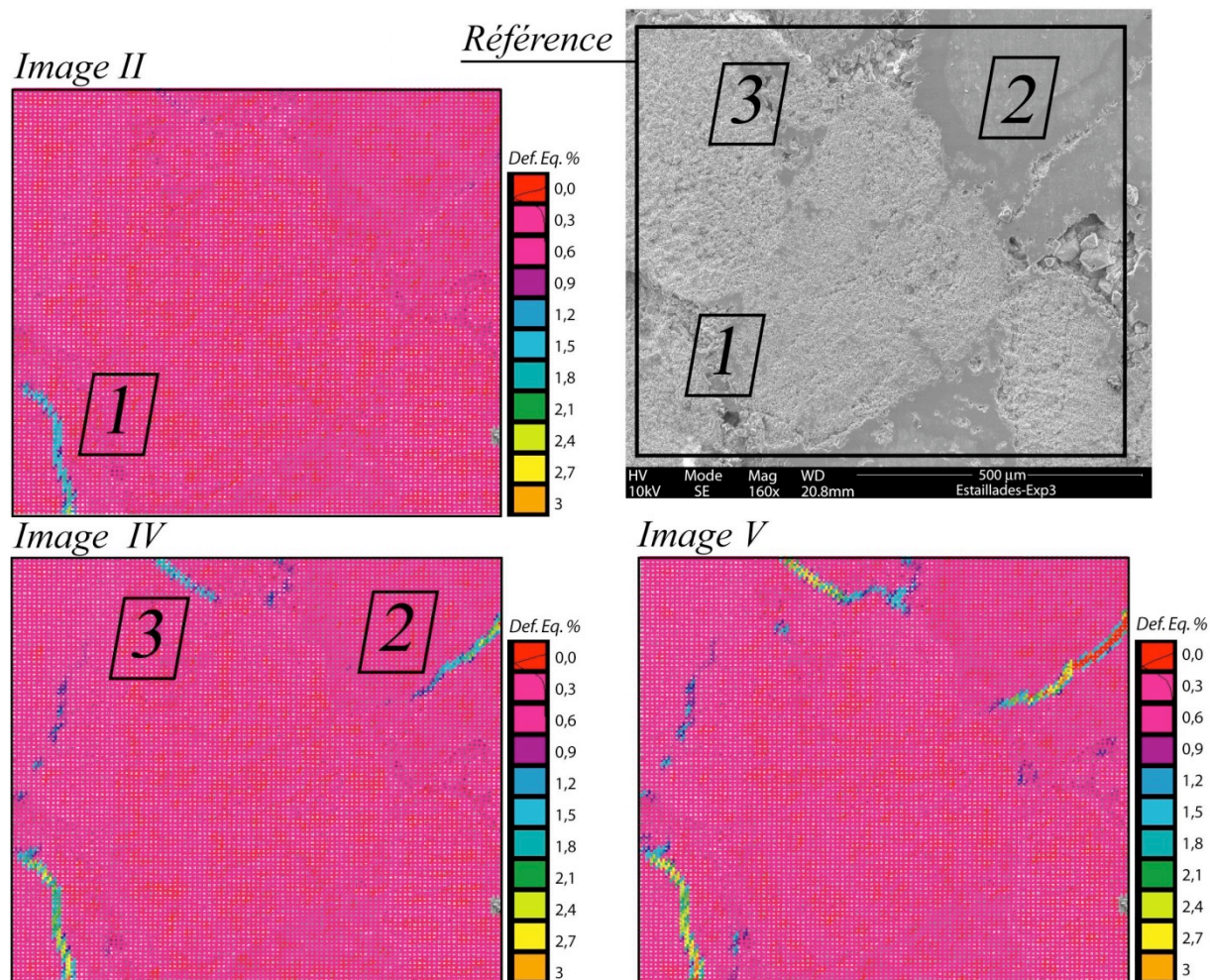


Figure 6.23 : Cartes des déformations équivalentes mesurées à partir d'images MEB acquises à grandissement $\times 160$, pendant l'essai 3, à 3 instants de la sollicitation référencés sur la figure 6.19. (base de mesure 60 pixels). La zone d'étude est reportée sur l'image acquise à l'état de référence. La compression est orientée de la droite vers la gauche des images.

En termes de déformation globale des échantillons, ces observations sont parfaitement corrélables avec les différences observables entre les essais 2 et 3. En raison de sa plus forte teneur en agrégats microporeux et donc sa capacité à accommoder la déformation de façon plus diffuse, les niveaux de déformation atteints à l'échelle de l'échantillon sont plus importants lors de l'essai 3.

6.5.3. Apport de l'observation in-situ à la compréhension du comportement hydromécanique sous chargement triaxial.

Bien que les conditions de chargement diffèrent sensiblement de celles mises en œuvre lors des essais triaxiaux, cette étude permet de mieux comprendre le type de mécanismes mis en jeu lors des processus d'endommagement irréversible des échantillons, décrit dans la section 4.5. L'objectif de cette section est donc de mettre en liaison les différentes échelles d'observation à travers l'impact des mécanismes sur les évolutions de propriétés mesurées au cours d'essais triaxiaux.

a) Nature de la fracturation à l'échelle macroscopique

Nous l'avons vu lors des essais triaxiaux, la fluctuation des propriétés mécaniques mesurées sur le carbonate peut être importantes. Si les hétérogénéités de porosité peuvent au premier ordre expliquer ces fluctuations, nous avons conclu que les compressibilités et l'expression de l'endommagement (essentiellement à faible K) étaient contrôlés par les hétérogénéités de densité induite par la présence d'amas d'agrégats de plus ou moins forte densité. L'établissement de cartographies de déformation globale rend justement compte de l'hétérogénéité du champ de déformation au sein de l'échantillon. Une localisation précoce de la déformation est effectivement clairement visible au niveau des zones les plus denses. L'expression de la fracturation macroscopique reste très différente de celle observée au cours des essais triaxiaux. Pour ces essais de compression simple réalisés à l'état sec, on observe la propagation de multiples fractures provoquant macroscopiquement une scission de l'échantillon (appelée également 'splitting fracture'), alors que la fracturation sous chargement triaxiale se traduit par la propagation d'une fracture unique et oblique à la direction de chargement axiale. Néanmoins, dans le premier cas, la propagation de la fracture semble fortement influencée par la présence des zones de plus forte densité dans lesquelles se localise de façon précoce la déformation. Cette observation permet de confirmer le rôle de la répartition et de la taille des structures de plus forte densité sur les différentes orientations de fractures mise en évidence par l'analyse directe ou par tomographie après essais triaxiaux.

b) Microfissuration et essais macroscopiques.

L'analyse microscopique réalisée au cours de l'essai de compression simple montre la mise en place de microfissures au sein de l'échantillon macroscopique. Dans la zone d'observation, ces microfissures s'orientent exclusivement parallèlement à la direction de sollicitation. Ces microfissures apparaissent de façon très précoce au sein du matériau, mais leur propagation est stoppée au niveau des agrégats les plus denses. Leur coalescence ne devient effective qu'à un taux de chargement suffisamment élevé. Cette observation peut expliquer les évolutions de perméabilité observées pour les chargements triaxiaux effectués à $K=0$. En effet, dans le domaine de dilatance, la perméabilité

radiale présentait une légère augmentation avant le seuil de rupture, contrairement à la perméabilité axiale. Ceci pouvait être expliqué par la mise en place de microfissures dans la direction de charge axiale, comme observé sur les cartographies du champ de déformations. En effet, on observe que les microfissures s'orientent dans la direction d'allongement de l'échantillon, mais la création de porosité sous l'effet de leur ouverture est plus importante dans la direction transverse. La propagation de ces fissures n'affecte cependant la perméabilité que pendant la phase de dilatance, au cours de laquelle un grand nombre de celles-ci coalescent et créent de nouveaux drains pour l'écoulement dans la direction transverse.

Pour ce même chemin de chargement, la porosité ne montrait pas d'évolution caractéristique au cours de l'essai (EST_X). Il apparaît donc grâce à cette étude in-situ, que deux mécanismes interagissent à l'échelle de l'échantillon. La compaction préférentielle dans les zones voisines des amas d'agrégats denses induit donc une diminution de la porosité macroscopique. A l'inverse, une porosité est créée par l'ouverture des microfissures, et ce, tout au long du chargement.

Seuls les essais à $K=0$ peuvent être raisonnablement comparés aux essais macroscopiques in-situ. En effet, pour des paramètres de chemins de chargement plus grand, une diminution de la porosité est observée de manière systématique, la propagation et les ouvertures de microfissures sont certainement limitées sous l'effet de la pression de confinement.

c) Evolution de la microstructure

La confrontation directe des observations des essais in-situ sous MEB et de celles réalisées sur les échantillons après les essais triaxiaux est délicate. Les mécanismes de microfissuration intragranulaire à l'origine des mécanismes de compaction localisée et diffuse au sein des échantillons sous chargement déviatorique sont évidemment fortement dépendant de la pression de confinement. Néanmoins, l'extensiométrie par mesure de champ réalisée à cette échelle rend compte de l'accommodation diffuse de la déformation au sein des agrégats microporeux et confirme, en ce point, les conclusions de l'analyse post-mortem.

Les déformations les plus importantes se traduisent généralement par l'ouverture d'une microfissure, et sont accommodées dans les zones de forte porosité et à l'interface des agrégats, et peuvent potentiellement se propager au sein des agrégats plus denses. Ce dernier point n'a pas été observé lors des essais MEB, mais est clairement mis en évidence par la microscopie optique (voir figure 6.18.a).

6.6. Comportement mécanique du grès de Bentheim

6.6.1. Réponse mécanique de l'échantillon macroscopique

Les courbes de déformations mesurées aux échelles macroscopiques et microscopiques sont présentées dans la figure 6.24. Comme pour le carbonate, les résultats obtenus à l'échelle macroscopique permettent de mettre en évidence l'écart entre les déformations axiales calculées et celle mesurée par l'intermédiaire du LVDT. Il est également possible, via la mesure des champs de déformations de recalculer une nouvelle valeur des modules élastiques pour le grès qui n'est pas entachée d'artefacts expérimentaux. La nouvelle valeur du Module d'Young ainsi calculée est de $27,5\text{GPa}$, soit 2,6 fois plus importante que la valeur obtenue par le capteur de déplacement de $10,6\text{GPa}$. Notons que la valeur donnée par le capteur LVDT est parfaitement cohérente avec les résultats obtenus dans le chapitre 3 pour les essais uniaxiaux réalisés via le dispositif de mesures sous contraintes. La nouvelle valeur du coefficient de Poisson mesurée est de 0,21.

La comparaison entre les deux courbes montre que les niveaux de déformation mesurés microscopiquement sont environ 2 fois supérieurs à ceux mesurés à l'échelle globale. Cette observation se doit également d'être appuyée par une interprétation des cartes de déformation pour les deux configurations.

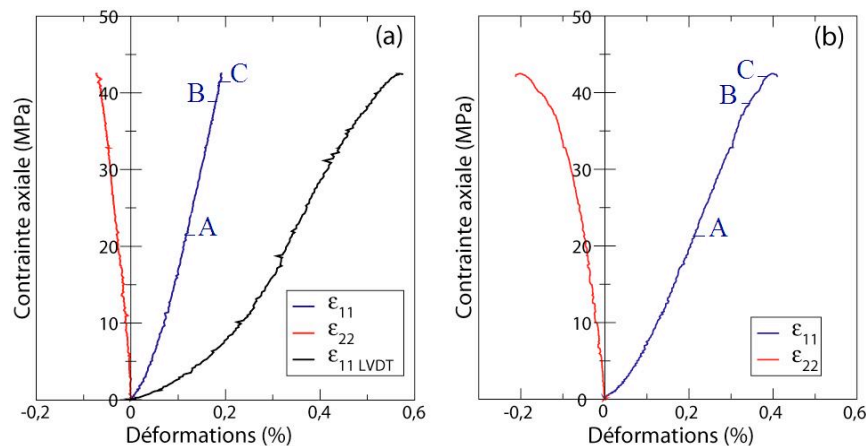


Figure 6.24 : Evolution des déformations axiales et transverses à la direction de chargement mesurées à l'échelle macroscopique (a) et à l'échelle microscopique (b). Les instants référencés A, B et C correspondent aux 3 instants auxquels ont été acquises les images présentées sur les figures 6.25 et 6.26 respectivement.

Aux deux échelles d'observation, les résultats obtenus sur le grès de Bentheim sont beaucoup plus délicats à exploiter que pour le carbonate. La figure 6.25 illustre le type de carte de déformations obtenues sur la face macroscopique pour 3 instants du chargement. En premier lieu, il est important de commenter l'origine des bandes obliques qui se dessinent sur ces cartes, afin d'éviter toute erreur dans leurs interprétations.

Comme nous l'avons signalé dans la section 6.3, la mesure du champ de déplacement à une valeur fractionnaire de pixel engendre une erreur systématique que nous avons quantifiée. Comme l'indiquent les histogrammes de distribution de la déformation (superposés à l'échelle de couleur), le grès se déforme très peu et de manière assez homogène tout au long de la sollicitation. L'apparition des bandes n'est donc pas liée à la réponse même du matériau, mais à l'erreur sur la mesure de déplacement. Pour en être absolument convaincu, il suffit de faire un décompte du nombre de bandes et de les comparer à la valeur de la déformation mesurée. Comme nous l'avons vu, l'erreur systématique est maximum lorsque le déplacement en un point atteint une valeur proche d'une valeur entière de pixels. Dans le cas de l'image B, on décompte 6 bandes, pour une déformation de 0,177% dans la direction x (direction de compression). La grille de mesure comptant 3800 pixels, le déplacement global en x est donc de 6,74 pixels, ce qui est cohérent avec le nombre de bandes observées. Il est donc assez difficile de tirer de plus amples informations de ces cartes. On peut néanmoins constater que le grès de Bentheim se déforme de façon beaucoup plus homogène que le carbonate. Néanmoins, les cartographies de déformations semblent mettre en évidence la mise en place d'un léger gradient de déformation entre le haut et le bas de l'échantillon. Compte tenu des très faibles déformations mis en jeu cette échelle, il est difficile de relier ce gradient au comportement du matériau. En effet, une légère variation de grandissement lié à un basculement de l'échantillon peut-être à l'origine de ce gradient. D'autre part, à cette échelle, il est impossible d'identifier d'éventuels précurseurs à la fracturation de l'échantillon.

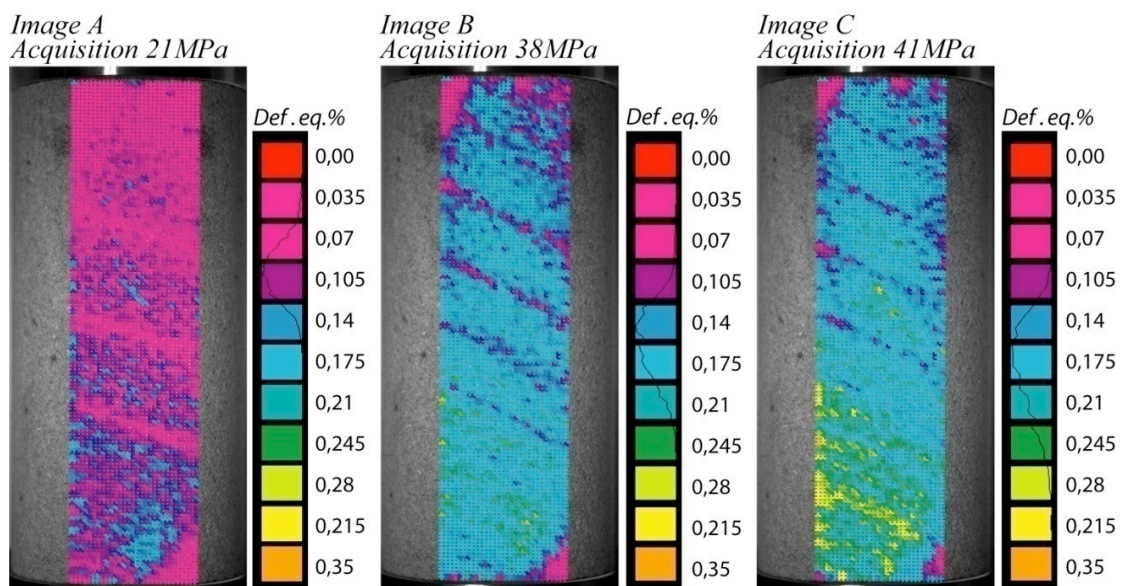


Figure 6.25 : Cartes des déformations équivalentes mesurées macroscopiquement et superposées à l'image de référence, à 3 instants de la sollicitation (base de mesure 130 pixels). Par souci de comparaison, les échelles des cartes sont maintenues constantes entre 0 et 0,35% de déformation.

Comme le suggère la figure 6.26, les déformations mesurées sur la zone d'observation microscopique sont plus importantes qu'à l'échelle globale. Bien qu'à l'échelle de l'échantillon la

réponse mécanique peut être considérée comme homogène, on constate que la microstructure peut localement induire des déformations plus importantes. Au regard des cartes de déformations présentées en figure 6.26, des mouvements locaux peuvent être identifiés à une échelle plus fine. Toutefois, ces endommagements apparaissent beaucoup plus tardivement que dans le cas du carbonate. Les mouvements associés à cet endommagement sont essentiellement liés à des glissements d'amas de grains de quartz plus cimentés au niveau des zones de plus forte porosité, c'est-à-dire dans lesquelles les contacts entre les grains sont plus ponctuels. Ces glissements sont à l'origine de basculements relatifs de ces amas de grains les uns par rapport aux autres. Les déformations dans ces zones de glissement peuvent être supérieures à 3%.

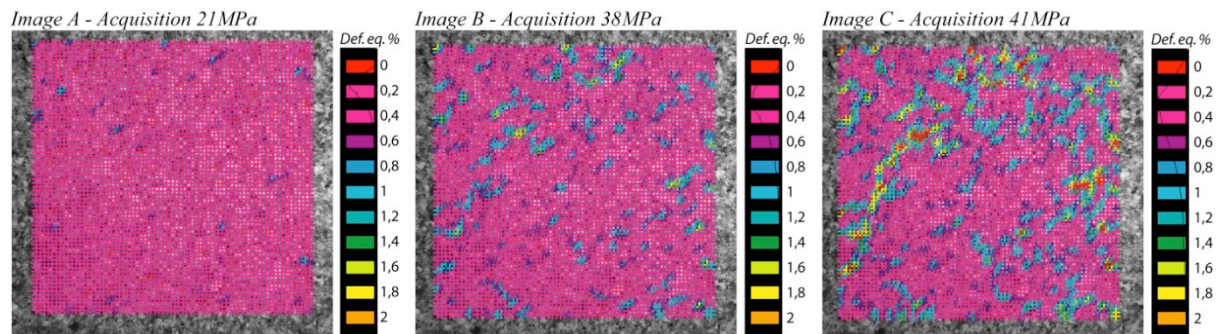


Figure 6.26 : Cartes des déformations équivalentes mesurées microscopiquement et superposées à l'image de référence, à 3 instants de la sollicitation (base de mesure 36 pixels). Par souci de comparaison, les échelles des cartes sont maintenues constantes entre 0 et 2% de déformation.

Il est difficile de définir l'incidence de ces mouvements locaux sur la fracturation macroscopique de l'échantillon. En effet, l'énergie libérée au moment de la propagation de la fracture est telle que la cohésion entre les grains n'est plus assurée et l'échantillon tend à exploser (voir figure 6.27). Nous n'avons alors pas la possibilité de comparer ces cartes de déformations avec une image finie de l'endommagement macroscopique.

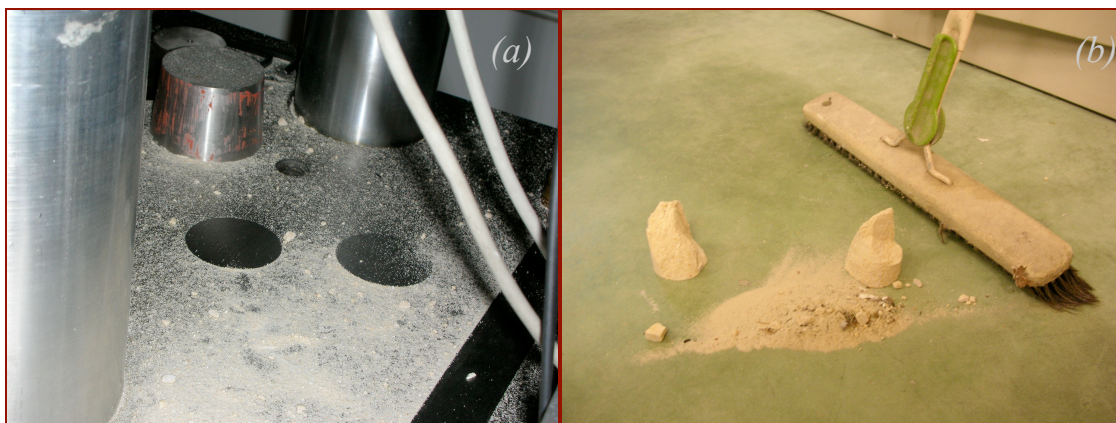


Figure 6.27 : Photographies illustrant le comportement 'explosif' à la rupture du grès de Bentheim sous chargement axial: Projections des grains de quartz sur le socle de la machine de compression (a) et protocole de récupération des grains de quartz projetés à plus grande distance au sein du laboratoire (b). Afin de ne pas risquer d'endommager les appareils optiques, un seul essai macroscopique a été réalisé sur le grès de Bentheim.

6.6.2. Réponse mécanique à l'échelle microscopique

Comme nous l'avons précédemment évoqué, le marquage assuré par les grains de quartz ne permet pas une analyse fine des images acquises au cours de l'essai in-situ réalisé dans la chambre du MEB. Une base de mesure de 60pixels a été utilisée pour le calcul des champs de déformation, mais la taille des domaines de corrélation a été sensiblement augmentée pour la mesure des champs de déplacement. La taille des fenêtres de corrélation est ici fixée à 100X100pixels permettant une meilleure résolution des champs de déplacement, mais induisant une perte de résolution spatiale très importante. De plus, le dépouillement des images n'est possible que pour le plus faible grandissement (x40), permettant d'intégrer suffisamment de contraste de relief dans les zones poreuses.

En raison de la projection de grains de quartz au moment de la rupture et afin de ne pas endommager les capteurs d'électrons au sein du MEB, un seul essai in-situ a été réalisé sur le grès de Bentheim. Les conditions de chargement de cet essai sont synthétisées dans la figure 6.28. Seul trois séries d'images ont été acquises au cours du chargement. La contrainte à la rupture étant plus faible que pour l'échantillon macroscopique, le quatrième palier de chargement espéré n'a pu être atteint. L'échantillon a rompu pour une contrainte axiale de 41MPa. Il semble donc que le volume de l'échantillon considéré ne puisse être représentatif de l'essai sur échantillon macroscopique. De plus, la déformation de l'échantillon mesurée par le LVDT est extrêmement forte en comparaison aux valeurs maximales atteintes lors de l'essai macroscopique. Cette observation résulte de la forte rigidité du grès induisant, probablement de plus importantes déformations de la machine de compression et la fiabilité de la mesure de déformation reste ici très limitée.

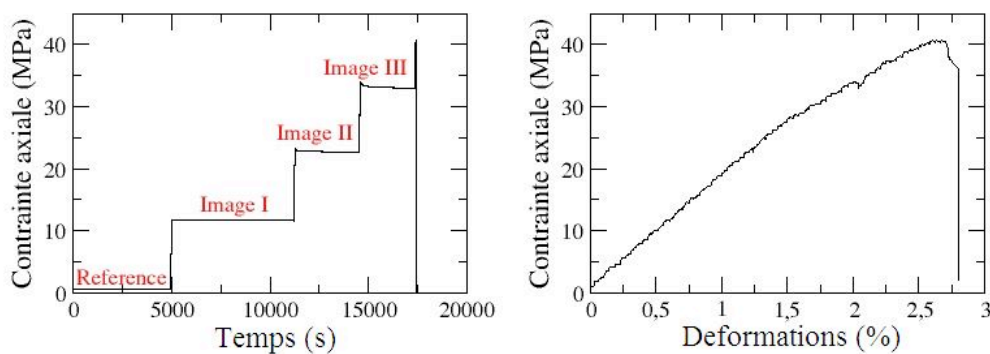


Figure 6.28 : Synthèse de l'essai in-situ réalisé sur le grès de Bentheim. Pour chaque palier de pression, le set d'images acquises est reporté. On entend ici par le terme 'Image', l'acquisition des images pour l'ensemble des positions et grandissements sélectionnés en début d'essai. Les déformations reportées sont calculées à partir de la réponse du LVDT.

La figure 6.29 illustre une carte de déformation calculée pour le dernier palier de chargement à 33MPa. Les déformations globales enregistrées à cette échelle n'excèdent pas 0,15%. On observe tout de même quelques zones dans lesquelles la déformation locale mesurée semble plus importante. Néanmoins compte-tenu de la faible résolution spatiale obtenue par cette approche, il est nécessaire de vérifier que les zones de plus fortes déformations ne sont pas liées des artefacts de corrélation.

Si de fortes déformations sont mesurées dans les grains de quartz et peuvent donc être associées aux erreurs liés aux défauts de contraste locaux au sein de ceux-ci, une autre part non négligeable de la déformation montre une localisation aux interfaces des grains et peut être représentative de mouvements locaux. En focalisant sur certaines de ces zones, on peut définir plusieurs types de mouvements, se mettant en place tout au long du chargement. Une illustration de ces mécanismes identifiés par une comparaison fine des images à différents niveaux de la sollicitation est proposée par la figure 6.30. Les mécanismes identifiables sont les suivants :

- Certains des joints de grains, orientés parallèlement à la direction de compression et repérés par une flèche noire pleine, s'ouvrent sous l'effet d'un fort cisaillement.
- En conséquence de cette ouverture des joints, des rotations relatives de grains peuvent survenir. Toutefois ces rotations sont limitées par la rigidité des blocs voisins.
- Certains des blocs rigides peuvent néanmoins présenter de légers mouvements relatifs les uns par rapport aux autres. Ces mouvements sont néanmoins très faibles et limités rapidement par la friction entre les grains.
- Si certains des joints tendent à s'ouvrir, on remarque une fermeture des joints orientés perpendiculairement à l'axe de compression, symbolisée par les flèches rouges sur la figure 6.30.

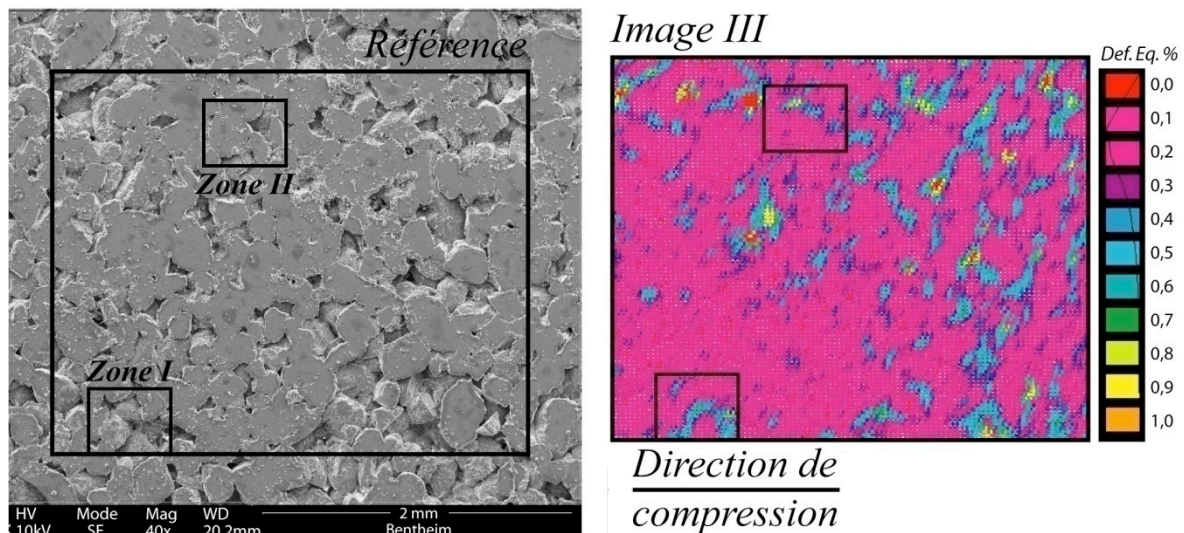


Figure 6.29 : Cartes de déformation équivalente mesurée à partir d'images MEB du grès de Bentheim acquises à grossissement x40, au palier de chargement III référencé sur la figure 6.28. La zone d'étude est reportée sur l'image acquise à l'état de référence. La compression est horizontale

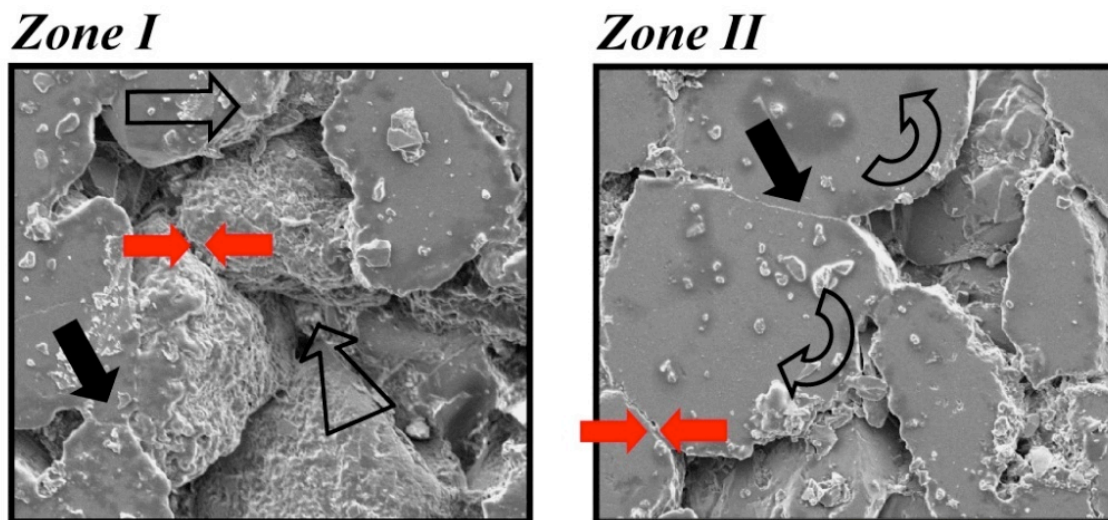


Figure 6.30 : Mouvements locaux affectant le grès de Bentheim identifiables à partir de l'analyse de la cartographie présentée figure 6.29. Les flèches pleines noires soulignent l'ouverture de joints parallèles à la direction de compression. Les flèches rouges correspondent aux zones de compaction des joints de grains obliques ou perpendiculaires à la direction de compression. Les flèches creuses marquent les mouvements relatifs de grains et/ou blocs de grains les uns par rapport aux autres.

6.6.3. Impact sur les mécanismes à la rupture

Indépendamment de sa taille, nous avons vu que la nature de la fracturation du grès de Bentheim conduit à la ruine de l'échantillon. Les quelques mécanismes pouvant être observés montrent que la nature des déformations mesurées n'est pas liée à un endommagement progressif de l'échantillon, aucun précurseur de la rupture de l'échantillon ne pouvant être clairement identifié.

Il convient de comparer ces observations avec les mécanismes connus d'endommagement des roches gréseuses en régime fragile.

Dans le domaine pseudo élastique, les travaux fondateurs de Walsh (1965) montrent que la déformation est accommodée par une déformation élastique des grains et des pores. A cette réponse élastique de la matrice s'ajoute les glissements aux interfaces de grains, qui expliquent, selon Walsh et Brace (1972), les phénomènes d'hystérésis observables lors des cycles de charge/décharge. Ce sont ces glissements qui sont identifiés aux interfaces de grains sur les figures 6.29 et 6.30. Avec l'augmentation de contrainte, la mise en place des mécanismes de la dilatance induit l'endommagement irréversible de la structure de la roche. Celui-ci se traduit par une importante microfissuration intragranulaire s'ouvrant sub-parallèlement à l'axe de chargement au niveau des contacts (modèle de Zhang et al. 1990, voir section 4.9.3.a), des indentations de grains et aux bordures des fissures préexistantes (en accord avec le modèle de 'Wing crack' (Ashby et Hallam, 1986)). L'étude de la nucléation et de la propagation de fracture a fait l'objet de nombreuses études. Nombre de ces études ont en premier lieu été conduite sur des matériaux peu poreux,

Sur le grès de Béréa, Menendez et al. (1996) montrent qu'aucun évènement de localisation ne se produit avant que le pic de contrainte soit atteint. Avant ce pic de contrainte, la structure du grès n'est modifiée que par les mouvements relatifs de grains évoqués précédemment. Ce n'est que lorsque le pic est atteint que l'endommagement apparaît et se traduit par une intense fracturation inter et intragranulaire. La fracturation macroscopique est alors le résultat de la coalescence de ces fractures hertziennes initiées aux joints de grains (Wu et al., 2000). Le seuil de dilatance semble pourtant atteint lors de l'acquisition de l'image III (voir figure 6.25). Néanmoins, malgré l'analyse fine des images, il ne laisse apparaître aucune évidence de microfissuration stable. Ceci contraste avec les résultats des évolutions de perméabilité en régime de dilatance (voir chapitre 3, Dautriat et al., 2009b).

Les raisons de ces différences entre les deux types d'essai sont multiples :

- La microfissuration n'affecte pas la surface d'observation de l'échantillon.
- La taille des échantillons utilisés pour les essais in-situ MEB ne peut être considérée comme représentative des mécanismes mis en jeu à l'échelle macroscopique.
- La charge est appliquée trop rapidement pour permettre la détection du seuil de dilatance.
- L'application d'une pression de confinement sur l'échantillon lors des essais couplés aux mesures de perméabilité pourrait permettre une stabilisation des microfissures lors de la dilatance.
- La présence des amas de grains de quartz plus fortement cimentés limite les mouvements de grains et augmente considérablement leur surface de contact. Ces contacts n'étant que très peu affectés lors de la montée en charge, les amas sont mécaniquement plus homogènes que les zones dans lesquelles les contacts sont plus ponctuels (zones de forte porosité dans lesquels on observe du glissement)

La rupture brutale des échantillons serait donc liée à une très forte accumulation de contraintes aux niveaux des contacts granulaires, au sein des amas cimentés d'une part et des contacts entre les amas d'autre part. Au cours de la sollicitation, le matériau emmagasine une forte énergie élastique au sein des grains de quartz. La dissipation de cette énergie n'étant pas assurée par la localisation de la déformation, la fracturation 'macroscopique' induit une très forte libération d'énergie élastique et une 'explosion' de l'échantillon.

6.7. Synthèses de l'étude

6.7.1. Quelques conclusions ...

➤ Lors de la mise en place de cette campagne d'essais in-situ, l'applicabilité de la technique de corrélation d'images 2D n'était pas évidente pour les grès et les carbonates, et ce, en raison des très faibles déformations mesurées préalablement sur ces échantillons lors des essais triaxiaux. Il était

donc essentiel de quantifier rigoureusement les erreurs liées à la méthode de calcul des champs de déplacement. Cette étude préalable a permis d'optimiser, d'une part, la qualité des images et plus particulièrement d'améliorer le contraste local, et d'autre part, de choisir les paramètres de corrélation optimale (taille de grille, taille des domaines de corrélation...) permettant d'obtenir un compromis satisfaisant entre précision sur la mesure du champs de déplacement et précision sur la localisation. De plus, depuis les études antérieures (Racine, 2005 ; Héripré, 2006), la résolution des caméras optiques et du MEB utilisés dans cette étude s'est nettement améliorée, ce qui constitue un avantage majeur pour l'étude de nos matériaux peu déformables.

➤ Aux deux échelles d'observation, les traitements d'images, acquises au cours du chargement sur les échantillons macroscopiques de carbonate, sont cohérents et permettent de rendre compte correctement des taux de déformation globale. Ils permettent également de caractériser l'impact des hétérogénéités mésoscopiques sur une localisation précoce de la déformation, mais également d'observer de façon précoce la mise en place d'un important réseau de microfissure. De plus, cette technique montre que les mesures de jauges conventionnelles ne sont pas suffisamment précises. A l'échelle du MEB, la mesure de champs révèle des micromécanismes de déformation non visibles par une observation directe des images. Elle confirme une accommodation diffuse de la déformation dans les agrégats microporeux et l'ouverture de microfissures aux interfaces et dans les zones poreuses. Cette étude permet de confirmer quelques caractéristiques observées lors de l'analyse post-mortem des échantillons testés préalablement mais ne permet pas de rendre compte des mécanismes de fracturation intragranulaire, précurseurs des mécanismes de pore collapse.

➤ Pour le grès de Bentheim, même si le dépôt d'un mouchetis permet de limiter les erreurs de mesures, les déformations globales de l'échantillon restent du même ordre de grandeur que l'erreur systématique. Les cartographies de déformations montrent cependant une accommodation plus homogène de l'échantillon à l'échelle macroscopique. Seuls quelques mouvements locaux sont observables à l'échelle microscopique. Ces observations permettent toutefois de mieux comprendre le caractère 'explosif' de la rupture du grès sous compression simple, puisque aucun précurseur de déformations ne permet d'accommoder la déformation élastique afin de libérer une partie de l'énergie élastique emmagasinée par l'échantillon et la presse (voir section 2.6.2.)

➤ La complémentarité des échelles d'observation est clairement démontrée et permet donc de mettre en évidence les différents modes de déformations et leur occurrence aux différentes échelles.

6.7.2. Et de nombreuses perspectives ...

Nous avons montré l'applicabilité de la technique de corrélation d'images 2D sur le carbonate d'Estailades. Néanmoins, les déplacements en surface ne sont pas forcément représentatifs des déformations au sein du matériau (Bésuelle et al., 2006).

- Dans un premier temps, il serait intéressant de renouveler les essais in-situ sous MEB sur des échantillons dont la microstructure tridimensionnelle, située sous la surface d'observation, aura été préalablement identifiée par microtomographie RX. Pour les essais macroscopiques, l'implémentation de mesures acoustiques complémentaires aux mesures de champs pourrait permettre de vérifier la cohérence entre les observations en surface et les événements d'émissions acoustiques liés à la localisation.
- L'application des techniques d'imagerie microtomographique couplées à des méthodes de corrélation d'images volumiques (Lenoir et al., 2007, Pannier et Bornert, 2007) constitue évidemment une perspective intéressante de ce travail. En ce sens, nous avons réalisé trois essais préliminaires sur le carbonate d'Estailades et sur le grès de Bentheim au sein du laboratoire GEMPPM de l'INSA Lyon. Ce laboratoire est en effet équipé d'un microtomographe RX de laboratoire équipé d'un banc de compression uniaxial. Les essais sont réalisés sur des échantillons cylindriques de 10mm de diamètre et 20mm de hauteur. Comme pour les essais in-situ sous MEB, le chargement est réalisé par rampes successives de compression, et les acquisitions des coupes radiologiques sont effectuées pendant les paliers de charge constante (~1h par volume). Ces premiers essais n'ont malheureusement pas été concluants et n'ont par conséquent pas été présentés dans ce chapitre. En effet, en raison de l'encombrement du dispositif de chargement, la distance source/capteur est importante et ne permet de travailler à des résolutions inférieures à $14 \times 14 \times 14 \mu\text{m}^3/\text{voxel}$. A cette échelle, il n'est pas possible de rendre compte de la mise en place d'événement de localisation. Il faudrait par conséquent envisager de travailler sur des échantillons de même dimension, avec une source de RX plus intense, pouvant être obtenue par rayonnement synchrotron. Bésuelle et al. (2007) obtiennent des tailles de voxel de l'ordre de $14 \times 14 \times 14 \mu\text{m}^3$ sur un échantillon d'argilite de grande dimension (10mm de diamètre sur 20mm de hauteur). Notons, par ailleurs, que les techniques mises en œuvre par ces auteurs permettrait d'identifier plus clairement les mécanismes de compaction en cisaillement que nous n'avons pas pu mettre en évidence par l'analyse post-mortem des échantillons après essais triaxiaux. Sur des échantillons de petite dimension (~1mm de diamètre), il serait possible de descendre à des résolutions inférieures au $\mu\text{m}^3/\text{voxel}$ tout en appliquant un chargement axial ou hydrostatique (Adrien et al. 2007). Il serait alors possible d'apporter une information

qualitative et quantitative des mécanismes d'initiation de l'effondrement de la porosité par les techniques de corrélation volumétrique.

- Sur la base des observations MEB (2D) et potentiellement tomographique (3D), il sera théoriquement possible de développer des modèles permettant de relier les déformations fragiles et/ou plastiques, ainsi que les variations de porosité correspondante (aspects poromécaniques) aux évolutions de propriétés d'écoulement du matériau sous sollicitations hydrostatiques et déviatoriques. A titre d'exemple, la figure 6.31 propose une étude **prospective** de ce type de couplage basée sur la géométrie exacte du milieu poreux et de la matrice solide et sur une modélisation aux Elements Finis (réalisée avec le logiciel Comsol Multiphysics). Le maillage est construit à partir de la d'un volume seuillé après reconstruction de l'imagerie tomographique du grès de Bentheim. Dans cet exemple très simplifié, la phase solide est considérée continue et son comportement mécanique est purement élastique. Les écoulements sont résolus par l'équation de Navier-Stokes.

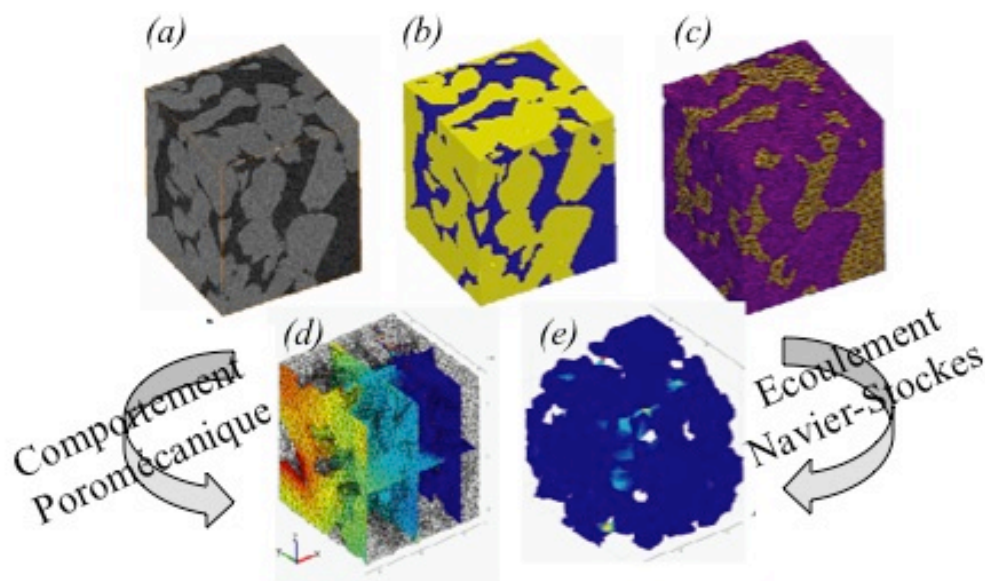


Figure 6.31 : Etude prospective de couplage hydromécanique par simulation en élément finis d'un volume de 250^3 voxel. (a) Volume 3D reconstruit à partir de l'imagerie microtomographique, (b) Seuillage des grains et des pores, (c) Maillage tétraédrique, (d) Champ de déformation de la matrice solide généré par une sollicitation axiale. (e) Simulation des écoulements de type Navier-Stokes au sein du volume poreux déformé.

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Ce mémoire de thèse présente l'essentiel des résultats d'un travail dédié à l'étude des propriétés hydromécaniques de roches sédimentaires poreuses (grès et carbonate) représentatives des réservoirs pétroliers les plus répandus. Le travail, a été motivé par des observations de terrain réalisées pendant la phase d'exploitation pétrolière, et qui rapportent une baisse significative de production du fait des évolutions couplées des propriétés d'écoulement à travers le réseau poreux et du champ de contrainte au sein du réservoir. Afin d'optimiser et de pouvoir prédire l'évolution de productivité d'un réservoir il est, donc, essentiel de pouvoir rendre compte de ces couplages hydromécaniques.

Mes travaux de thèse, essentiellement expérimentaux, ont consisté à caractériser le comportement mécanique et les évolutions des perméabilités directionnelles de grès et d'un carbonate sous l'effet d'un champ de contraintes. Les dispositifs classiques ne permettent pas ce type d'approche, car ils se limitent aux mesures d'écoulements unidirectionnels. La réalisation d'expériences plus adaptées a donc nécessité le développement et la mise en fonction d'un dispositif expérimental original et unique, qui permet de mesurer simultanément la perméabilité d'un échantillon cylindrique dans trois directions perpendiculaires, dont une suivant l'axe de l'échantillon, et ce, en cours d'essais mécaniques appliquant un chargement hydrostatique ou déviatorique. Ce dispositif permet en principe d'appréhender aussi bien l'anisotropie de perméabilité structurale d'origine, que celle due aux évolutions structurales sous chargement. La caractérisation des perméabilités radiales a nécessité une analyse numérique aux éléments finis, avec l'introduction d'un facteur de forme géométrique du fait de la complexité des écoulements dans les directions transverses à l'axe de l'échantillon. Une grande partie de ce travail a également consisté à la mise au point et à la définition des limites du dispositif et des incertitudes de mesures ; ce travail préliminaire s'est avéré indispensable à une interprétation cohérente des résultats expérimentaux.

En support aux mesures de propriétés hydromécaniques macroscopiques, nous avons également appliqué une approche micromécanique multi-échelles, axée sur l'observation de l'évolution des microstructures au cours du chargement et sur l'identification des mécanismes de déformations et des

modes d'endommagement mis en jeu. Ainsi, une partie de l'étude a consisté à réaliser des essais de chargement uniaxial couplés à des mesures de champ de déplacement par corrélation d'images. Ces techniques permettent d'obtenir les champs de déplacements locaux à diverses échelles (du centimètre à quelques dizaines de microns) et de les mettre en relation avec différentes échelles de microstructures, afin de mieux interpréter les réponses hydromécaniques macroscopiques.

Les résultats obtenus sur les grès de Fontainebleau et de Bentheim ont d'abord permis de valider les mesures obtenues avec notre nouveau dispositif expérimental. La littérature fournit une base de données considérable sur les propriétés hydromécaniques du grès de Fontainebleau, avec laquelle nos résultats sont cohérents. De plus, les mesures de perméabilité axiales, basées sur différentes base de mesure le long de l'échantillon, ont clairement mis en évidence l'existence d'importants effets de bord au voisinage de l'interface échantillon – piston. En début de chargement hydrostatique, ces effets réduisent considérablement la perméabilité axiale mesurée sur la longueur totale de l'échantillon, alors que la perméabilité axiale mesurée sur une portion intermédiaire, en dehors des zones à effet de bord, ne montre pas d'évolution notable. Une modélisation aux éléments finis a permis de définir la zone d'influence de cette localisation des contraintes au voisinage des interfaces. Nos résultats sont en désaccord avec l'interprétation habituellement avancée pour la chute initiale de perméabilité axiale, à savoir la fermeture potentielle de microfissures préexistantes. Enfin, pour le grès de Bentheim, nous avons observé les effets du chargement 'uniaxial', qui se caractérise par la rupture fragile, avec la formation d'une bande de cisaillement, et aussi par une chute sensible de perméabilité dans une direction transverse au plan de cisaillement. Ce travail sur les grès a fait l'objet de la publication référencée Dautriat et al., 2009a.

La seconde partie de l'étude expérimentale a été concentrée sur le comportement hydromécanique du carbonate d'Estailades. Contrairement à une approche triaxiale conventionnelle, les essais ont été réalisés en conditions de chargement proportionnel, qui sont considérées comme plus représentatives des conditions rencontrées lors de l'exploitation d'un réservoir pétrolier. L'originalité de cette approche est de considérer le coefficient de chemin de chargement comme paramètre représentatif de l'évolution du champ de contrainte et notamment du couplage entre l'évolution des contraintes axiale et de confinement. Le comportement mécanique de ce matériau est essentiellement fragile pour des coefficients de chemin de chargement faibles. Néanmoins, la rupture fragile n'entraîne pas, comme dans le cas du grès de Bentheim, d'évolutions significatives des perméabilités. Les analyses post mortem montrent qu'à plus forte contrainte effective s'activent des mécanismes de microfissuration intra agrégat. Ils sont précurseurs de l'effondrement de la macroporosité (porosité inter-clastes), ce qui a pour conséquence une réduction très importante de la perméabilité initiale. En revanche, la microporosité (porosité intra-clastes) ne présente pas d'évolution notable. Par ailleurs, la variabilité de compressibilité des différents échantillons pourrait être due aux

hétérogénéités à une échelle mésoscopique (échelle des amas d'agrégats), qui induisent localement des fluctuations de densité au sein du matériau. Ceci laisse penser que ces hétérogénéités contrôlent fortement les chemins d'écoulement, et par conséquent ont une incidence directe sur les perméabilités macroscopique. En considérant le carbonate comme un matériau granulaire biphasé, avec une taille de grains constante, on peut réaliser une normalisation des pressions critiques en fonction de la porosité initiale de l'échantillon. Cette approche permet de mettre en évidence une dépendance linéaire des pressions effectives critiques recalculées au coefficient de chemin de chargement. Sur cette base, nous proposons une nouvelle expression de l'enveloppe de rupture.

Si les études post mortem de l'évolution structurale permettent d'identifier certains des mécanismes de déformation, elles sont incapables de rendre compte des différentes étapes de leur mise en place. De plus, les analyses post mortem n'apportent pas toute l'information nécessaire à la caractérisation des échantillons fracturés, en raison de l'impossibilité de contrôler la déformation en cas de rupture fragile. L'extensométrie par mesures de champs, bien que complexe à mettre en œuvre sur des géomatériaux, a apporté quelques compléments d'information sur les mécanismes précurseurs. Cette technique a également permis de caractériser l'impact des effets d'hétérogénéités sur les mécanismes de localisation à toutes les échelles d'observation. Ces résultats préliminaires ouvrent par ailleurs de nombreuses perspectives quand à leur utilisation sur une plus large gamme de lithologie.

Enfin, nous avons présenté une étude prospective de l'apport de la microtomographie RX à une modélisation de l'impact d'une pression hydrostatique sur les perméabilités monophasiques par une approche réseau de pore. Cette étude a fait l'objet d'une publication référencée Dautriat et al. (2009b). La définition de ce réseau repose sur une méthodologie d'extraction développée à l'IFP. Ce type d'approche permet de rendre compte des évolutions de porosité et de perméabilités mesurées sur le grès de Bentheim. En revanche, les limites en résolution du microtomographe RX de laboratoire utilisé dans cette étude, mais également les problèmes de représentativité de la taille des réseaux considérés devant celle des hétérogénéités largement discutées pour le carbonate d'Estailades, peut expliquer les divergences observées entre prévisions de ce modèle et nos résultats expérimentaux.

La continuité naturelle de ce travail nécessiterait certaines améliorations du dispositif expérimental, nous avons notamment envisagé les points de développement suivants :

- L'implémentation d'un capteur de pression de pore sur le circuit de régulation du milieu poreux qui soit indépendamment de la pompe.
- Une modification fondamentale du système d'asservissement, par l'une des mesures de déformation et préférentiellement celle de déformation radiale, serait nécessaire pour :
 - garantir un meilleur contrôle des mécanismes de fracturation et faciliter ainsi les observations post mortem de caractérisation des bandes de cisaillement, ceci afin de

rendre plus précisément compte de l'impact de la microstructure de ces bandes sur les évolutions de perméabilités directionnelles.

- réaliser également des tests oedométriques.
- Une refonte du design de la membrane, avec une disposition coplanaire des deux paires d'injecteurs radiaux, pourrait faciliter l'inversion des mesures de perméabilité.

Il sera également nécessaire de valider un certain nombre d'hypothèses proposées permettant d'expliquer l'impact des hétérogénéités sur les mécanismes d'endommagement, et par conséquent sur l'évolution des propriétés pétrophysiques de nos matériaux d'étude. En ce sens, une collaboration avec le département 'GeoMechanics and Rheology' du GFZ, permettra la mise en œuvre d'une campagne expérimental visant à localiser précisément les précurseurs de la localisation par une technique de relocalisation des Emissions Acoustiques. Cette étude future semble être un excellent complément des techniques d'Extensiométrie par mesures de champs mise en œuvre au cours de cette thèse.

Par ailleurs, conscients des difficultés à établir des relations constitutives complètes du comportement hydromécanique à partir d'essais réalisés sur des échantillons naturels, qui présentent une diversité d'hétérogénéités à toutes les échelles, nous envisageons une campagne expérimentale sur matériaux modèles, synthétiques, dont les caractéristiques minéralogiques et microstructurales sont contrôlées lors de l'élaboration. Nous avons déjà mené une série d'essais qui a permis de mettre au point un protocole d'élaboration par HIP (Hot Isostatic Pressing) de grès carbonatés, présentant différents proportions minérales, distributions de tailles de grains et porosités. Les matériaux sont d'ores et déjà synthétisés, leur caractérisation pétrophysique ainsi que les essais de caractérisation de leur comportement hydromécanique seront réalisés prochainement.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

AUZERAIS F.M., DUNSMUIR J., FERREOL B.B., MARTYS N. OLSON J., RAMAKRISHNAN D.H., ROTHMAN D.H., SCHWARTZ L.M. (1996) Transport in sandstone: A study based on three dimensional microtomography. *Geophysical Research Letters*, Vol. 23, No. 7, pp 705-708.

ADAM J., URAI J.L., WIENKE B., OONKEN O., PFEIFER, K., KUKOWSKI N., LOHRMANN J., HOTH S., VAN DER ZEE W., SCHMATZ J. (2005) Shear localization and strain distribution during tectonic faulting – new insights from granular flow experiments and high-resolution optical image correlation techniques. *J. Struct. Geol.*, 27, 283 – 301.

ADRIEN J., MAIRE E., GIMENEZ N., SAUVANT-MOYNOT V. (2007) Experimental study of the compression behaviour of synthetic foams by in-situ X-ray tomography. *Acta Materialia*, Vol. 55, 5, pp 1667-1679.

AL-HARTY S. S., JING X. D., MARSDEN J. R., DENNIS J.W. (1999) Petrophysical properties of sandstones Under true triaxial stresses I : Directional transport characteristics and pore volume change. *SPE* 57287.

ALLAIS L., BORNERT M., BRETHERAU T., CALDEMAISON D. (1994) Experimental characterization of the local strain field in a heterogeneous elastoplastic material. *Acta Metal. And Mater.*, 42 (11): 3865–3880.

ASHBY M.F., HALLAM S.D. (1986) The failure of brittle solids containing small cracks under compressive stress states, *Acta Metall.* 34, pp. 497–510.

AUZERAIS F.M., DUNSMUIR J., FERREOL B.B., MARTYS N. OLSON J., RAMAKRISHNAN D.H., ROTHMAN D.H., SCHWARTZ L.M. (1996) Transport in sandstone: A study based on three dimensional microtomography. *Geophysical Research Letters*, Vol. 23, No. 7, pp 705-708.

BAAS J. H., HAILWOOD E. A., MC CAFFREY W. D., KAY M., JONES R. (2007). Directional petrological characterisation of deep-marine sandstones using grain fabric and permeability anisotropy: Methodologies, theory, application and suggestions for integration. *Earth Sci. Rev.*, 82: 101-142.

BAI M., MENG F., ROEGIERS J.C., GREEN S. (2002) Improved Determination of Stress-Dependent permeability for Anisotropic Formations, *SPE/ ISRM* 78188.

BAUD P., ZHU W., WONG T.F. (2000) Failure mode and weakening effect of water on sandstone. *Journal of geophysical research*, Vol 105, N° B7, pp 16371-16389.

BAUER D., TALON L., EHRLACHER A. (2008). Computation of the equivalent macroscopic permeability tensor of discrete networks with heterogeneous segment length. *Sous presse dans ASCE J. Hyd. Eng.*

BAY B. K., SMITH T. S., FYRHIE D. P., SAAD M. (1999) Digital volume correlation: three-dimensional strain mapping using X-ray tomography. *Experimental Mechanics*, vol. 39 no. 3, p. 217-226.

- BEAR J.** (1972) Dynamics of Fluids in Porous Media. *American Elsevier Publishing Company*, N.Y. 1972 re-Edited by *Dover Publications Inc*, 784pg., 1988
- BEKRI S., LAROCHE C., VIZIKA O.** (2005) Pore network models to calculate transport and electrical properties of single or dual-porosity rocks. *Symp. Society of Core Analysts*.
- BENSON P. M., MEREDITH P. G., PLATZMAN E. S., WHITE R.E.** (2005) Pore fabric shape anisotropy in porous sandstones and its relation to elastic wave velocity and permeability anisotropy under hydrostatic pressure. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 42, 890-899.
- BERNABE Y.** (1986) The effective pressure law for permeability in Chelmsford granite and Barre granite. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 23 (3), 267–75.
- BERNABE Y.** (1992) On the measurement of permeability in anisotropic rocks. *Fault Mechanics and Transport Properties of Rocks*, pages 147–167.
- BERNABE Y.** (1995) The transport properties of networks of cracks and pores. *J. Geophys. Res.*, 100: 4231-4242.
- BERNABE Y., BRACE W.F., EVANS B.** (1982) Permeability, porosity and pore geometry of hot-pressed calcite, *Mechanics of Materials*, vol. 1, p. 173-183, 1982.
- BESUELLE P.** (1999) Déformation et rupture dans les roches tendres et les sols indurés : Comportement homogène et localisation. Thèse, Université de Grenoble I, France.
- BESUELLE P., DESRUES J.**, (1998) Internal instrumentation for strain measurements on soft rocks tested in an axisymmetric triaxial cell, *In 2nd int. Symp. Hard Soils and Soft Rocks: The Geotechnique of hard soils and soft rocks, Napoli, October 1998, ed. by Evangelista A. and Picarelli L., Balkema*, Vol. 1, pp. 45-48.
- BESUELLE P., DESRUES J., RAYNAUD S.** (2000) Experimental characterisation of the localisation phenomenon inside a Vosges sandstone in a triaxial cell. *International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences*, 37, 1223–1237
- BESUELLE P., VIGGIANI G., LENOIR N., DESRUES J., BORNERT M.** (2006) X-ray micro CT for studying strain localization in clay rock under triaxial compression. *Advances in X-ray CT for geomaterials*, Desrues J., Viggiani G. and Bésuelle P. eds, *ISTE pub., London*, pp.35-52
- BHANDARI A. R., INOUE J.** (2005) Strain localization in soft rocks – a typical rate-dependent solid: experimental and numerical studies. *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics*, vol. 29, p. 1087-1107.
- BIEBER M.T., RASOLOFOSAON P., ZINSNER B., ZAMORA M.** (1996) Measurement and Overall Characterization of Permeability Anisotropy by Tracer Injection, *Revue Institut Français du Pétrole, EDITIONS TECHNIP*
- BIRCH F.** (1961) The velocity of compressional waves in rocks to 10 kilobars. Part 2. *J. Geophys. Res.*, 66, 2199-2224.
- BORNERT M.** (1996). Morphologie microstructurale et comportement mécanique; caractérisations expérimentales, approches par bornes et estimations autocohérentes généralisées. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, France.
- BOURBIE T., ZINSNER B.** (1985) Hydraulic and acoustic properties as a function of porosity in Fontainebleau sandstone. *Journal of Geophysical Research*, 90(B13):11,524--11,532.
- BOUTECA M., SARDA J.-P., SCHNEIDER F.** (1996) Subsidence induced by the production of fluids. *Revue de l'institut Français du Pétrole*, Vol. 51, n° 3, Mai-Juin.
- BOUTECA M., SARDA J.-P., VINCKE O.** (2000) Constitutive Law for Permeability Evolution of Sandstones During Depletion. *Paper SPE-58717*

- BRACE, W. F., WALSH J. B., FRANGOS W. T.** (1968) Permeability of granite under High pressure. *Journal of Geophysical Research*, vol. 70, p. 5669-5678.
- BRANDT H.** (1955) A study of the speed sound in porous granular media. *ASME Journal of Applied Mechanics*, 22(4): 479-486.
- BROSSE E.** (2005) PICOR Piégeage du CO₂ dans les réservoirs. Final Report Projet FSH G.7306/03, Institut Français du Pétrole.
- BROOKS R. H., COREY A. T.** (1966) Properties of porous media affecting fluid flow. *ASCE Journal of Irrigation and drainage*, 92, 62-88.
- BRUNO M. S., BOVBERG C. A. NAKAGAWA F. M.** (1991) Anisotropic stress influence on the permeability of weakly-cemented sandstones. *Rock Mechanics as a Multidisciplinary Science*, Roegiers (ed.), 375-383.
- BRYANT S.L., BLUNT M.** (1992) Prediction of relative permeability in simple porous-media, *Phys. Rev. A*, 46, 2004 – 2011.
- BRYANT S.L., P. R. KING P.R., MELLOR D.W.** (1993) Network model evaluation of permeability and spatial correlation in a real random sphere packing, *Transp. Porous Media*, 11, 53 – 70.
- CARMAN P. C.** (1956) Flow of gases through porous media. *Butterworths, Scientific Publications, London*.
- CEREPI A., DURAND C., BROSSE E.** (2002) Pore microgeometry analysis in low resistivity sandstone reservoirs. *Journal of petroleum science end engineering*, 35, pp 205-232.
- CHAUVETEAU G.** (2002) Grain and Pore Throat model : a tool to predict mass, transport and formation damage, *SPE 73736, Int. Symp. On Formation Damage, Lafayette*.
- CHILLINGAR G. V.** (1964) Relationship between porosity, permeability, and grain-size distribution of sands and sandstones. *Deltaic and shallow marine water deposits, Elsevier, éditions L.M.J.U. van Straaten*.
- CHU T., RANSON W., SUTTON M., PETERS W.** (1985) Applications of the digital-image-correlation techniques to experimental mechanics. *Exp. Mech.* 25, 232–244.
- CLAVAUD, J.-B., MAINEULT A., ZAMORA M., RASOLOFOSAON P., SCHLITTER C.** (2008) Permeability anisotropy and its relations with porous medium structure, *J. Geophys. Res.*, 113, B01202, doi:10.1029/2007JB005004.
- CLAYTON C.R.I., KHATRUSH S.A., BICA A.V.D., SIDDIQUE A.** (1989) The Use of Hall Effect Semiconductors in Geotechnical Instrumentation. *Geotechnical Testing Journal. ASTM. Vol. 12, No 1, pp. 69-76*.
- COLLINS R.E.** (1961) Flow of fluids through porous materials. *Rheinold Publishing Co., New york*
- COOK N.G.W.** (1965) The failure of rock. *Int. J. Rock. Mech. Min. Sci. Vol. 2, pp. 389-403*.
- COUSSY O.** (1991) Mécanique des milieux poreux. *Edition Technip*, 427pp.
- CRAWFORD B .R., YALE D. P.** (2002) Constitutive modelling of deformation and permeability: Relationships between Crtical state and Micromechanics. *SPE/ISRM*, 78189, 1-10.
- DA SILVA F. V., DEBANDE G. F., PEREIRA C. A., PLISCHKE B.** (1990) Casing collapse analysis associated with reservoir compaction and overburden subsidence. *Paper SPE20953*
- DAUTRIAT J., GLAND N., DIMANOV A., RAPHANEL J., VIZIKA O.** (2008) Laboratory determination of stress-path dependency of directional permeabilities of Estailades limestone. *Proc. SCA2008-26, International symposium of the Society of Core Analysts, Abu Dhabi,UEA*.

- DAUTRIAT J., GLAND N., GUELARD J., DIMANOV A., RAPHANEL J.** (2009a) Axial and radial permeability evolutions of compressed sandstones: End effects and shear band induced permeability anisotropy. *Pure and Applied Geophysics*
- DAUTRIAT J., GLAND N., YOUSSEF S., ROSENBERG E., BEKRI S., VIZIKAO.** (2009b) Stress dependent directional permeabilities of two analog reservoir rocks : a prospective study on apport of micro tomography and pore network modeling. *SPE Reservoir Evaluation & Engineering*, Vol. 12, n° 2, 297-310.
- DAVID C., DAROT M.** (1989) Permeability and conductivity of sandstones. *Rock at Great Depth, editions Maury & Fourmaintraux, Balkema, Rotterdam*, 203-209.
- DAVID C., LE RAVALEC-DUPIN M.** (2007) Rock Physics and Geomechanics in the study of Reservoirs and Repositories. *Geological Society, London, Special Publications*, 284, 1-14.
- DAVID C., MENENDEZ B., MENGUS J.-M.** (2008) Influence of mechanical damage on fluid flow patterns investigated using CT scanning imaging and acoustic emissions techniques. *Geophysical Research Letters*, Vol. 35, L16313, doi:10.1029/2008GL034879.
- DAVID C., MENENDEZ B., ZHU W., WONG T.F.** (2001) Mechanical compaction, microstructures and permeability evolution in sandstones, *Physics & Chemistry of the Earth part A*, 26, p45-51.
- DAVID C., WONG T.-F, ZHU W., ZHANG J.** (1994) Laboratory measurements of compaction induced permeability change in porous rocks : implications for the generation and maintenance of pore pressure excess in the crust. *Pure and Applied Geophysics*, 143, 425-456.
- DE MARSILY G.** (1994) Quelques réflexions sur l'utilisation des modèles en hydrologie. *Rev. Sci. Eau*, 7 (3), 219-234.
- DOUMALIN P.** (2000) Microextensométrie par corrélation d'images. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, Palaiseau, France.
- DOUMALIN P., BORNERT M., CALDEMAISON D.** (1999) Microextensometry by image correlation applied to micromechanical studies using the scanning electron microscopy. *In: Proc. Int. Conf. on Advanced Technology in Experimental Mechanics. Vol.I, Atem 99, The Japan Society of Mechanical Engineering, 1999: 81-86.*
- DRUCKER D. C., PRAGER W.** (1952) Soil mechanics and plasticity analysis or limit design. *Quart. Appl. Math.* 10, 2, 157-165.
- EGERMANN P.** (2003) Mesures pétrophysiques sur déblais de forage. Thèse, Institut National Polytechnique de Toulouse, France.
- EL BIED A.** (2000) Etude expérimentale et modélisation du comportement des roches granulaires-Ecrouissage, radoucissement et rupture en mode localisé. Thèse, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, France.
- FATT I., DAVIS D. H.** (1952) Reduction of permeability with overburden pressure. *Pet. Trans.AIME*, vol. 195, 329.
- FERFERA F.** (1997) Influence du champ de contrainte sur l'évolution de la perméabilité monophasique d'un grès. Thèse, Ecole centrale de Paris, France
- FORTIN J.** (2005) Compaction homogène et localisée des roches poreuses: Approche expérimentale et théorique. Thèse, Université Paris VI, France
- FORTIN J., SCHUBNEL A., GUEGUEN Y.** (2005) Elastic wave velocities and permeability evolution during compaction of Bleurswiller sandstone. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, Volume 42, Issues 7-8, Pages 873-889.
- FORTIN J., STANCHITS S., DRESEN G., GUEGUEN Y.** (2006) Acoustic emission and velocities associated with the formation of compaction bands in sandstone. *Jornal of Geophysical Research*, 111, B10203, doi:10.1029/2005JB003854.

- FOURIE A. B., XIAOBI DONG.** (1991) Advantages of midheight measurements in undrained triaxial testing, *ASMT geotech. Test. J.*, 14, 138-145.
- FREDRICH J. T., ARGUELLO J. G., DEITRICK G. L., DE ROUFFIGNAC E. P.** (2000) Geomechanical modeling of reservoir compaction, surface subsidence, and casing damage at the Belridge field. *SPE 65354, Journal of SPE Reservoir Evaluation & Engineering*.
- FREDRICH J. T., MENENDEZ B., WONG T. -F.** (1995) Imaging the structure of geomaterials. *Science*, 268, 276– 279.
- GERAUD Y., TOURNIER B., SURMA F., MAZEROLLE F.** (2002) Essais de capillarité et d'évaporation sous tomodensitométrie RX : Imagerie de la répartition de l'eau. Conséquence sur les flux et la localisation des zones de précipitation des sels. *J. Phys. IV, France*, 12.
- GHABEZLOO S., SULEM J., GUEDON S., MARTINEAU F.** (2009) Effective stress law for the permeability of a limestone. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 46, 297-309.
- GOMES GORREIA A., ANHDAN L.Q., KOSEKI J., TATSUOKA F.** (2001) Small strain stiffness under different isotropic and anisotropic stress conditions of two granular granite materials, *Advanced laboratory stress-strain testing of geomaterials, Tatsuoka, Shibuya & Kuwano (eds). Swets & Zeitlinger Publisher, pp 209-215*.
- GRAY D. H., FATT I., BERGAMINI G.** (1963) The effect of stress on permeability of sandstone cores. *SPEJ*, June, 95-100.
- GRISONI J. C., THIRY M.** (1988) Répartition des grès dans les sables de Fontainebleau : implications géotechniques des études récentes. *Bull. Liaison Labo P. et Ch.*, 157, Réf 3333.
- GUDEHUS G., NÜBEL K.** (2004) Evolution of shear bands in sand, *Géotechnique*, vol.54, p.187-201.
- GUEGUEN Y., PALCIAUSKAS V.** (1992) Introduction à la physique des roches, *Hermann, éditeurs des sciences de l'art*.
- HAMMECKER C., MERTZ J.-D., FISCHER C., JEANNETTE D.** (1993) A Geometrical Model for Numerical Simulation of Capillary Imbibition in Sedimentary Rocks. *Transport in Porous Media*, 12, 125-141
- HAN M., FLEURY M., LEVITZ P.** (2007) Effect of the pore structure on resistivity index curves. *Symp. Society of Core Analysts*.
- HEFFER K. J., LAST N. C., KOUTSABELOULIS N. C., CHAN H. C. M., GUTTIERREZ M., MAKURAT A.** (1994) The influence of natural fractures, faults and earth stresses on reservoir performance, geomechanical analysis by numerical modelling. In: *AASEEN, J; O., BERG ET AL. (EDS) North Sea Oil and Gas Reservoirs, III., Kluwert, Dordrecht*, 201-211.
- HEILAND J.** (2003) Permeability of Triaxially Compressed Sandstones Influence of Deformation and Strain-rate on Permeability, *Pure and Applied Geophysics* 160: 889-908.
- HEILAND J., RAAB S.** (2001) Experimental investigation of the influence of differential stress on permeability of a lower permian (rotliegend) sandstone deformed in the brittle deformation field, *Phys. Chem. Earth (A)*, Vol. 26, No. 1-2, pp. 33-38.
- HERIPRE E.** (2006) Méthode de couplage multi-échelles entre simulations numériques polycristallines et mesures de champs pour l'identification des paramètres de lois de comportement et de fissuration des matériaux métalliques (Application à l'étude des alliages TiAl). Thèse, Ecole Polytechnique, Palaiseau, France.
- HEXT G. R.** (1963) The estimation of second-order tensors, with related tests and designs. *Biometrika*, v. 50, no. 3-4, p. 353 - 373.
- HOLCOMB D. J., OLSSON W. A.** (2003) Compaction localization and fluid flow. *Journal of Geophysical Research*, 108, doi:10.1029/2001JB00813.

- HOLT R. M.** (1990) Permeability reduction induced by a non-hydrostatic stress field. *SPE Formation Evaluation*, 444-448.
- HONARPOUR M., KOEDERITZ L., HARVEY A.H.** (1986) Relative permeability of petroleum reservoir. *Boca Raton, Florida, CRC Press*, 143 p.
- HUDSON J. A., BROWN E. T., FAIRHURST C.** (1971) Optimizing the control of rock failure in servo-controlled laboratory tests. *Rock Mechanics, Vol. 3, Issue 4*, pp.217-224
- IFFLY R.** (1956) Étude de l'écoulement des gaz dans les milieux poreux – application à la détermination de la morphologie des roches. *Revue de l'IFP Jun.*, 757-795.
- JAEGER J., COOK N. G. W.** (1979) Fundamentals of Rock Mechanics. Chapman and Hall, London.
- JONES M., MATHIESEN E.** (1993) Pore pressure change and compaction in North Sea chalk hydrocarbon reservoirs. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 30, 1205-1208.
- JURGAWCZYNSKI M., LOCK P.A. , JING X.D., ZIMMERMAN R.W.** (2007) Permeability predictions based on Two-Dimensional Pore Space Images. *SPE ACTE*, 110472.
- KAMATH J.** (1992) Evaluation of accuracy estimating air permeability from mercury injection data. *SPE Formation evaluation, Vol. 4*, pp304-310.
- KATZ A.J., THOMPSON A.H.** (1986) Quantitative prediction of permeability in porous rocks. *Physical Review, Vol. 91*, pp 8179-8181.
- KEANEY G. M. J., MEREDITH P. G., MURREL S. A. F.** (1998) Laboratory Study of Permeability Evolution in a Tight Sandstone under Non-hydrostatic Stress Conditions, *SPE* 47265.
- KESTIN J., KHALIFA H. E., CORREIA R. J.**, (1981). Tables of the dynamic and kinematic viscosity of aqueous NaCl solutions in the temperature range of 20-150°C and the pressure range of 0.1-35 MPa. *J. Physical and Chemical Ref. Data*, 10: 71-87.
- KFOURY M.** (2004) changement d'échelle séquentiel pour des milieux fracturés hétérogènes. Thèse, Institut National Polytechnique de Toulouse, France.
- KHAN M., TEUFEL L. W.** (2000) The Effect of Geological and Geomechanical Parameters on Reservoir Stress Path and Its Importance in Studying Permeability Anisotropy. *SPE Reservoir Eval. Eng.* 3(5), p. 394-400.
- KHILAR C., FOGLER H. S.** (1983) Water sensitivity of sandstones. *SPE/AIME*, Feb., 55-64.
- KLEIN E. , BAUD P., REUSCHLE T., WONG T.F.** (2001) Mechanical behaviour and failure mode of bentheim sandstone under triaxial compression. *Phys. Chem. Earth A*, 26: 21-25
- KLEIN E., REUSCHLE T.** (2003) A model for the mechanical behaviour of Bentheim Sandstone in the brittle régime. *Pure and Applied Geophysics*, 160, 833-849.
- KLINKENBERG L. J.** (1941) The permeability of porous media to liquid and gases. *API Drilling and Production Practice*, 200-213.
- KORNES R. I., RISNES R., FALDAAS I., NORLAND T.** (2006) End effects on stress dependent permeability measurements, *Tectonophysics*, 426, 239-251.
- LAROCHE C., VIZIKA O., HAMON G., COURTIAL R.** (2001) Two-phase Flow Properties Prediction from Smale-Scale Data Using Pore-Network Modeling. *SCA-2001-16, International Symposium of the Society of Core Analysts, Edinburgh, U.K., Sept.*
- LEE K. L.** (1978) End restraint effects on undrained static triaxial strength of sand. *J. Geotech . Eng. Div*, 104, 687-704.

- LE GUEN C.**, (1991) Mesure de la Perméabilité de Roches Très Peu Perméables et Etude de son Evolution sous Sollicitations Thermomécaniques, Thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- LE GUEN Y., RENARD F., HELLMANN R., BROSSE E., COLLOMBET M., TISSERAND D., GRATIER J.-P.** (2007) Enhanced deformation of limestone and sandstone in the presence of high Pco₂ fluids, *J. Geophys. Res.*, 112, B05421, doi:10.1029/2006JB004637.
- LENOIR N., BORNERT M., DESRUES J., BESUELLE P., VIGGIANI G.** (2007) Volumetric Digital Image Correlation Applied to X-ray Microtomography Images from Triaxial Compression Tests on Argillaceous Rock. *Strain*, Vol. 43, 3, pp. 193-205.
- LINDQUIST W. B., VENKATARAMAN A., DUNSMUIR J., WONG T. F.** (2000) Pore and throat size distributions measured from synchrotron X-ray tomographic images of Fontainebleau sandstones. *J. Geophys. Res.*, 105: 509–528.
- LION M., SKOCZYLAS F., LEDESERT B.** (2004) Determination of the main hydraulic and poro-elastic properties of a limestone from Bourgogne, France, *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 41, 915-925.
- LO PRESTI D.**, (1994) Measurement of shear deformation of geomaterials in the laboratory, *In Proc. of Int. Symp. on Prefailure Deformation Characteristics of Geomaterials*, pages 1067–1088.
- LOCK P. A., JING X. D., ZIMMERMAN R.W., SCHLUETER E. M.** (2002) Predicting the permeability of sandstone from image analysis of pore structure. *J. Appl. Phys.*, 92: 6311–6319.
- LONGUEMARE P., SCHNEIDE F., ONAISI A.** (1996) Study of the Behaviour of a Petroleum Reservoir During Depletion Using an Elasto-Plastic Constitutive Model. *Eurock'96, Barla Ed., Balkema*, 875-881
- LOUIS L., DAVID C., ROBION P.** (2003) Comparison of the anisotropic behaviour of undeformed sandstones under dry and saturated conditions. *Tectonophysics*, 370, 193-212
- LOUIS L., ROBION P., DAVID C.** (2004) A single method for the inversion of anisotropic data sets with application to structural studies. *Journal of Structural Geology*, 26, 2056-2072.
- LOUIS L., WONG T. -F., BAUD P.** (2007) Imaging strain localization by X-ray radiography and digital image correlation: deformation bands in Rothbach sandstone. *Journal of Structural Geology*, 29, 129-140.
- MAIRE E., BOUAZIZ O., DI MICHEL M., VERDU C.** (2008) Initiation and growth of damage in a dual-phase steel observed by X-ray microtomography. *Acta Materialia*, Vol. 56, 18, October, Pp 4954-4964
- MAURY V., GRASSO J. R.** (1990) Lacq gas field (France): monitoring of induced subsidence and seismicity consequences on gas production and field operation. *Paper SPE 20887, EUROPEC 90*
- MAVKO G.T., MUKERJI T., DVORKIN J.** (1998) The rock physics handbook. Cambridge Univ. Press, New York.
- MC. LATCHIE A. S., HEMSTOCK R. A., YOUNG J. W.** (1957) The effective compressibility of reservoir rock and its effects on permeability. *Pet.Trans.AIME*, 386-389.
- MEES F., SWENNEN R., VAN GEET M., JACOBS P.** (2003) Applications of X-Ray computed tomography in the geosciences. *Geological Society, London, Special Publications*, vol. 215. p. 1-6.
- MENENDEZ B., ZHU W., WONG T.-F.** (1996) Micromechanics of brittle faulting and cataclastic flow in Berea sandstone, *J. Struct. Geol.* 18, pp. 1–16
- MERLE H. A., KENTIE C. J. P., VAN OPSTAL G. H. C., SCHNEIDER G. M. C.** (1976) The Baquero study - a composite analysis of the behavior of a compaction drive/solution gas drive reservoir. *Journal of Petroleum Technology*, September, 1107-1115.

- MESRI G., ADACHI K., ULRICH C.R.** (1976) Pore-pressure response in rock to undrained change in all-around stress. *Géotechnique* 26, No. 2, 317-330
- MONICART R.** (1981) Caractéristiques des roches réservoir - Analyse des carottes. *Paris, France, EDITIONS TECHNIP*
- MORITA N., GRAY K., SROUJI F. A. A., JOGI P.N.** (1984) Rock property changes during reservoir compaction. *SPE/AIME*, Sept., paper 13099.
- MOORE D. E., MORROW C. A., BYERLEE J. D.** (1982) Use of swelling clays to reduce permeability and its potential application to nuclear waste repository sealing, *Geophy. Res. Lett.*, 9, p. 1009-1012.
- MORROW C. A., BO-CHONG Z., BYERLEE J. D.** (1984) Effective pressure law for permeability of Westerley granite under cyclic loading. *Journal of Geophysical Research*, 91(B3), 3870-3876.
- MORTENSEN N. A., OKKELS F., BRUUS H.** (2005) Reexamination of Hagen-Poiseuille flow: Shape-dependence of the hydraulic resistance in microchannels. *Phys. Rev. E*, 71:057301
- MORTON R. A., BERNIER J. C., JOHN A. B.** (2006) Evidence of regional subsidence and associated interior wetland loss induced by hydrocarbon production, Gulf Coast region, USA. *Envir. Geol.*, 50: 261-274, DOI 10.1007/s00254-006-0207-3.
- MUIR WOOD D.** (1994) Soil behavior and Critical state soil mechanics, 3rd edition, Cambridge University Press, Cambridge.
- OLSSON W.A.** (1999) Therotical and experimental investigation of compaction bands in porous roc. *Journal of Geophysical Research*, 104, 7219-7228.
- OLSSON W. A., HOLCOMB D. J.** (2000) Compaction localization in porous rocks. *Geophysical Research Letters*, 27, 3537-3540.
- ØREN P. E., BAKKE S.** (2002) Process based reconstruction of sandstones and prediction of transport properties, *Transport in Porous Media* 46, No. 2-3, p. 311-343.
- ØREN P. E., BAKKE S., ARNTZEN O. J.** (1998) Extending predictive capabilities to network models *SPE Journal* 3, No. 4, p. 324-336.
- ORTEGA-BUCIO G.** (1994) Développement d'une cellule triaxiale haute pression pour essais sur roches poreuses saturées. Application aux grès. Thèse, Université de Grenoble 1, France
- OSTERMEIER R. M.** (2001) Compaction effects on porosity and permeability: deepwater Gulf of Mexico turbidites. *Journal of Petroleum Technology*, February, 68-74.
- OUFFROUKH H.** (2004) Comportement hydromécanique d'une roche granulaire et localisation des déformations, Thèse de doctorat, Ecole National des Ponts et Chaussées, France.
- PANNIER Y., BORNERT M.** (2007) Mesure 3D de champs cinématiques dans le cas d'un contraste non uniformément réparti. *Proc. Journée Annuelle de la SF2M, St Etienne, France*.
- PATZEK T. W., SILIN D. B.** (2001) Shape Factor and Hydraulic Conductance in Noncircular Capillaries. *J. Coll. Interf. Sci.*, 236: 295-304.
- PISSARENKO D., GLAND N.** (2001) Modeling of scale effects of damage in cemented granular rocks, *Phys. Chem. Earth (A)*, vol. 26, 83.
- PREVOST J. H., CHIN L.** (1994) A constitutive model for simulating reservoir compaction under a constrained stress path that leads to high shear. *Proc., 8th Intl. Conference for Computer Methods and Advance in Geomechanics, Morgantown, WV, Rotterdam, Vol. 2*, 2139.
- RACINE A.** (2005) Influence de l'orientation des hydrures sur les modes de déformation, d'endommagement et de rupture du Zircaloy-4 hydruré. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, Palaiseau, France.

- RAYNAUD S., FABRE D., MAZEROLLE F., GERAUD Y., LATIERE H. J.** (1989) Analysis of the internal structure of rocks and characterization of mechanical deformation by a non-destructive method: X-ray tomodensitometry. *Tectonophysics*, vol. 159, no1-2, pp. 149-159.
- RENARD P., GENTY A., AND STAUFFER F.** (2001) Laboratory determination of the full permeability tensor. *Journal of Geophysical Research*, Vol. 106 :443–452.
- RHETT D. W., TEUFEL L. W.** (1992a) Stress path dependence of matrix permeability of North Sea sandstone reservoir rock. *Rock Mechanics, editions Tillerson & Wawersik, Balkema, Rotterdam*, 345-353.
- RHETT D. W., TEUFEL L. W.** (1992b) Effect of reservoir stress path on compressibility and permeability of sandstones. *SPE* 24756.
- RUISTUEN H., TEUFEL L. W., RHETT D. W.** (1999) Influence of reservoir stress path on deformation and permeability of a weakly cemented sandstone reservoir. *SPE Reservoir Eval. Eng.* 2(3): 266-272
- SANO O., TERADA M., EHARA S.** (1982) A Study on the Time-dependent microfracturing and strenght of Odhima granite. *Tectonophysics*, 84, pp 343-362.
- SAYERS C. M.** (1994) The elastic anisotropy of shales. *Journal of Geophysical Research*, Vol. 99, B1, pp767–774.
- SAYERS C. M., SCHUTJENS P. M. T. M.** (2007) An introduction to reservoir geomechanics. *The Leading Edge*, May, v. 26, no. 5, p. 597-601.
- SCHEIDEGGER A. E.** (1963) The physics of flow through porous media, 3rd edition, *University of Toronto Press*.
- SCHOCK R. N., HEARD H. C., STEPHENS D. R.** (1973) Stress-strain behavior of a granodiorite and two graywackes on compression to 20 kilobars, *J. Geophys. Res.*, 78, 5922 – 5941.
- SCHREIER H., GARCIA D., SUTTON M.** (2004) Advances in light microscope stereo vision. *Experimental Mechanics*, 44: 278-288.
- SCHUBNEL A.** (2002) Mécanique de la dilatance et de la compaction des roches. Thèse de l'Institut de Physique du Globe de Paris, France
- SCHUBNEL A., FORTIN J., BURLINI L., GUEGUEN Y.** (2005) Damage and recovery of calcite rocks deformed in the cataclastic regime, *D. Bruhn, and L. Burlini, eds.*, v. 245, p. 203-221.
- SCHUTJENS P. M. T. M., DE RUIG H.** (1997). The influence of stress path on compressibility and permeability of an overpressured reservoir sandstone : Some experimental data. *Phys. Chem. Earth* 22, N° 1-2, p. 97-103.
- SCHUTJENS P. M. T. M., HANSSEN T.H., HETTEMA M. H. H., MEROUR J., DE BREE P., COREMANS J. W. A., HELLIESEN G.** (2004) Compaction-induced porosity/ permeability reduction insandstone reservoirs: data and model for elasticity-dominated deformation. *SPE88441, Journal of SPE Reservoir Evaluation & Engineering*.
- SEGALL P.** (1989) Earthquakes triggered by fluid extraction. *Geology*, 17, 942 – 946.
- SHENG D., WESTERBERG B., MATTSSON H., AXELSSON K.** (1997) Effects of end restraint and strain rate in triaxial tests. *Computer and Geotechnics*, 21, 163-182.
- SIDDIQUI S., FUNK J. J., KHAMEES A. A., AL-HARBI A. M.** (2008) Recent advances in the measurement of pore volume compressibility of reservoir rocks. *Proc. SCA2008-12, International symposium of the Society of Core Analysts, Abu Dhabi*.
- SISAVATH S., JING X. D., ZIMMERMAN R. W.** (2000) Effect of Stress on the Hydraulic Conductivity of Rock Pores. *Phys. Chem. Earth (A)*, 25: 163–168.

- STANCHITS S., VINCIGUERRA S., DRESEN G.** (2006) Ultrasonic Velocities, acoustic emission characteristics and crack damage of basalt and granite. *Pure and Applied Geophysics*, Vol. 163, pp 975- 994
- STERNLOF K. R., KARIMI-FARD M., POLLARD D. D., DURLOFSKY L. J.** (2006) Flow and transport effects fo compaction bands in sandstones at scale relevant to aquifer and reservoir management. *Water Resources Research*, 42, W07425, doi:10.1029/2005WR004664.
- SULAK R. M.** (1990) Ekofisk field : the first twenty years. *SPE 20773 presented at the 1990 SPE Annual Technical Conference*, New Orleans, September 23-26.
- SULEM J., OUFFROUKH H.** (2006a) Shear Banding in drained and undrained triaxial tests on a saturated Sandstone : porosity and permeability évolution. *Int. J. Rock M.ech. and Min. Sci.*, 43, 292-310.
- SULEM J., OUFFROUKH H.** (2006b) Hydromechanical behaviour of Fontainebleau sandstone, *Rock Mechanics and Rock Engineering*, 39 (3), 185-213.
- SWANSON B.F.** (1981) A simple correlation between permeability and mercury capillary pressures. *JPT*, December, pp 2498-2504.
- SYLTE J. E., THOMAS D. K., RHETT D. W., BRUNNING D. D., NAGEL N. B.** (1999) Water induced compaction in the Ekofisk field. *Annual Technical Conference and Exhibition, Houston, TX, 3-6 October, SPE 56246*.
- TAUXE L.** (1998) Paleomagnetic principles and practice. *Modern Approaches in Geophysics*, vol. 17. Kluwer Academic Publish- ing, Dordrecht, pp. 173 – 241.
- TEEuw D.** (1971) Prediction of Formation Compaction from Laboratory Compressibility Data. *SPEJ*, September, 263; *Trans., AIME*
- TERADA M., YANAGIDANI T., EHARA S.** (1984). A. E. rate controlled compression test of rocks. In *3rd Con on Acoustic Emission/Microseismic Activity in Geological Structures and Materials* (ed. H.R. Hardy and F.W. Leighton), pp. 159-171. *Trans-Tech. Publications, Clausthal-Zellerfeld*.
- TEUFEL L. W., RHETT D. W.** (1991) Geomechanical Evidence for Shear Failure of Chalk During Production of the Ekofisk Field. *SPE 22755, October*.
- THOMEER J.H.M.** (1960) Introduction of a pore geometrical factor defined by the capillary pressure curve. *Trans AIME*, March, pp 73-77.
- THOMPSON B. D., YOUNG R. P., LOCKNER D.A.** (2006). Fracture in Westerly granite under AE feedback and constant strain rate loading: nucleation, quasi-static propagation, and the transition to unstable fracture propagation, *Pure and Applied Geophysics* 163, no. 5–6, 995–1019.
- TRAUTWEIN U., HUENGES E.** (2005) Poroelastic behaviour of physical properties in rotliegend sandstones under uniaxial strain. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Science*, 42, 924-932.
- VAJDOVA V., BAUD P., WONG T.F.** (2004) Compaction, dilatancy, and failure in porous carbonate rocks , *Journal of Geophysical Research*, Vol. 109, B05204
- VALES F.** (2008) Modes de déformation et d'endommagement de roches argileuses profondes sous sollicitations hydro-mécaniques, Thèse, Ecole Polytechnique, Palaiseau, France
- VALES F., BORNERT M., D. GHARBI, NGUYEN MINH D., EYTARD J.C.** (2007). Micromechanical investigations of the hydro-mechanical behaviour of argillite rocks by means of optical full field strain measurement and acoustic emission techniques. *Proc. in 11th Congres of the International Society for Rock Mechanics, Lisbonne, Portugal*.
- VALVATNE P. M., BLUNT M. J.** (2004) Predictive pore-scale modeling of two-phase flow in mixed wet media. *Water Resource Research*, Vol. 40, ISSN: 0043-1397.

- VAN BAAREN J., VOS M., HELLER H.** (1990) Selection of outcrop samples. *Tech. rep., Delft university of technology*.
- VIZIKA O., YOUSSEF S., GLAND N., ROSENBERG E., KENTER J., SKALINSKI M.** (2007) High Resolution CT and Pore–Network Models to Assess Petrophysical Properties of Homogeneous and Heterogeneous Carbonates. *SPE/EAGE*.
- WALLS J. D.** (1982) Effects on pore pressure, confining pressure and partial saturation on permeability of sandstones. *PhD thesis, Stanford University*.
- WALLS J. D., NUR A. M., BOURBIE T.** (1982) Effects of pressure and partial water saturation on gas permeability in tight sands: experimental results. *JPT*, Apr., 930-936.
- WALSH J. B.** (1965) The effect of cracks on the compressibility of rocks. *Journal of Geophysical Research*, vol. 70, 381-389
- WALSH J. B.** (1981) Effect of pore pressure and confining pressure on porosity and the transport properties of rock. *Journal of Geophysical Research*, vol. 89, n°B11, Oct., 9425-9431.
- WALSH J. B., BRACE W. F.** (1984) The effect of pressure on porosity and the transport properties of rock. *Journal of geophysical research*, Vol 89, N° B11, pp 9425-9431.
- WARPINSKI N. R., BRANAGAN P., SATTLER A. R., LORENZ J. C., NORTHROP D. A., MANN R. L., FROHNE K. H.** (1985) Fracturing and testing case study of paludal, tight, lenticular gas sands. *TECHNICAL REPORT, SPE/DOE symposium on low permeability reservoirs; 19 May 1985; Denver, CO, USA*
- WARPINSKY N. R., TEUFEL L.W.** (1992) Determination of effective stress law for permeability and deformation in low-permeability rocks. *SPE Formation Evaluation*, June, 123-131.
- WELLINGTON S. L., VINEGAR H. J.** (1987) X-ray computerized tomography. *Journal of Petroleum Technology*, Vol. 39, 8, pp 885-898.
- WHITE F. M.** (1974) *Viscous Fluid Flow*, McGraw-Hill, New York.
- WILHEMI B., SOMERTON W. H.** (1967) Simultaneous measurement of pore and elastic properties of rocks under triaxial conditions. *SPE Formation Evaluation*, Sept., 197-205.
- WONG, T. F., DAVID C. and ZHU W.** (1997) The transition from brittle faulting to cataclastic flow in porous sandstones: Mechanical deformation, *Journal of Geophysical Research*, 102, 3009-3026.
- WU X. Y., BAUD P., WONG T.-F.** (2000) Micromechanics of compressive failure and spatial evolution of anisotropic damage in Darley Dale Sandstone. *Int. J. Rock Mech. Min. Sci.* 37 : 143-160.
- XU H., NUR A.** (2001) Integrating reservoir engineering and satellite remote sensing for(true) continuous time-lapse reservoir monitoring. *The Leading Edge*, Vol 20., N.10, pp1176-1179.
- YALE D. P., CRAWFORD B. R.** (1998) Plasticity and permeability in carbonates: Dependence on stress path and porosity. *SPE/ISRM*, 47582, 485-494.
- YOUSSEF S., ROSENBERG E., GLAND N., BEKRI S., VIZIKA O.** (2007) Quantitative 3D characterisation of the pore space of real rocks: improved μ -CT resolution and pore extraction methodology. *Symp. Society of Core Analysts*.
- ZHANG J., WONG T. F., DAVIS D.M.** (1990) Micromechanics of pressure-induced grain crushing in porous rocks. *Journal of Geophysical Research*, vol. 95, n°B1, Jan., 341-352.
- ZHU W., WONG T. F.** (1997) The transition from brittle faulting to cataclastic flow: Permeability evolution. *Journal of Geophysical Research*, 102, B2, p. 3027-41
- ZHU W., MONTESI L. G. J., WONG T. F.** (1997) Shear-enhanced compaction and permeability reduction: triaxial extension tests on porous sandstone, *Mech. Mat.*, 25, 199-214.

-
- ZIMMERMAN R. W.** (1985) Compressibility of an Isolated Spheroidal Cavity in an Isotropic Elastic Medium. *J. Appl. Mech. Trans. AMSE*, 52: 606-608.
- ZIMMERMAN R. W.** (1986) Compressibility of Two-Dimensional Cavities of Various Shapes. *J. Appl. Mech. Trans. AMSE*, 53: 500-504.
- ZIMMERMAN R.W.** (1991) Compressibility of sandstones. *Developments in Petroleum Sciences* 29- Elsevier Science Publishers B.V.
- ZOBACK M. D., BYERLEE J. D.** (1975) Permeability and effective stress. *AAPG Bull.* 59, 154-158.

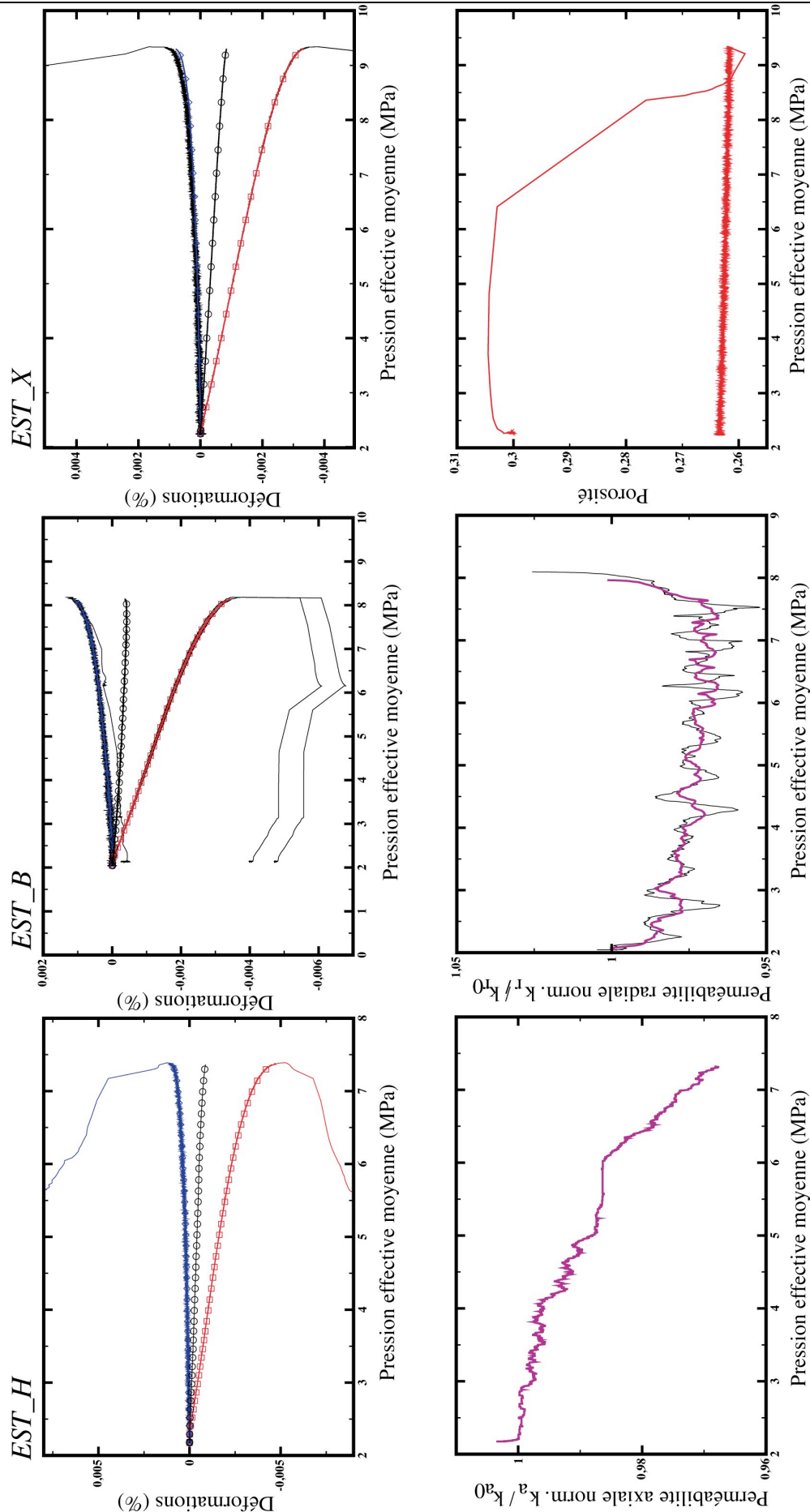
– ANNEXE 1 –

RESULTATS EXPERIMENTAUX SUR LE CALCAIRE D'ESTAILLADES

NOTE: Cette annexe présente une synthèse de l'ensemble des résultats des expériences menées en chargement continu, sur le carbonate d'Estailades. Pour chacun des chemins de chargement suivi (de $K=0$ à 1), les résultats sont présentés sur une double-page de la façon suivante :

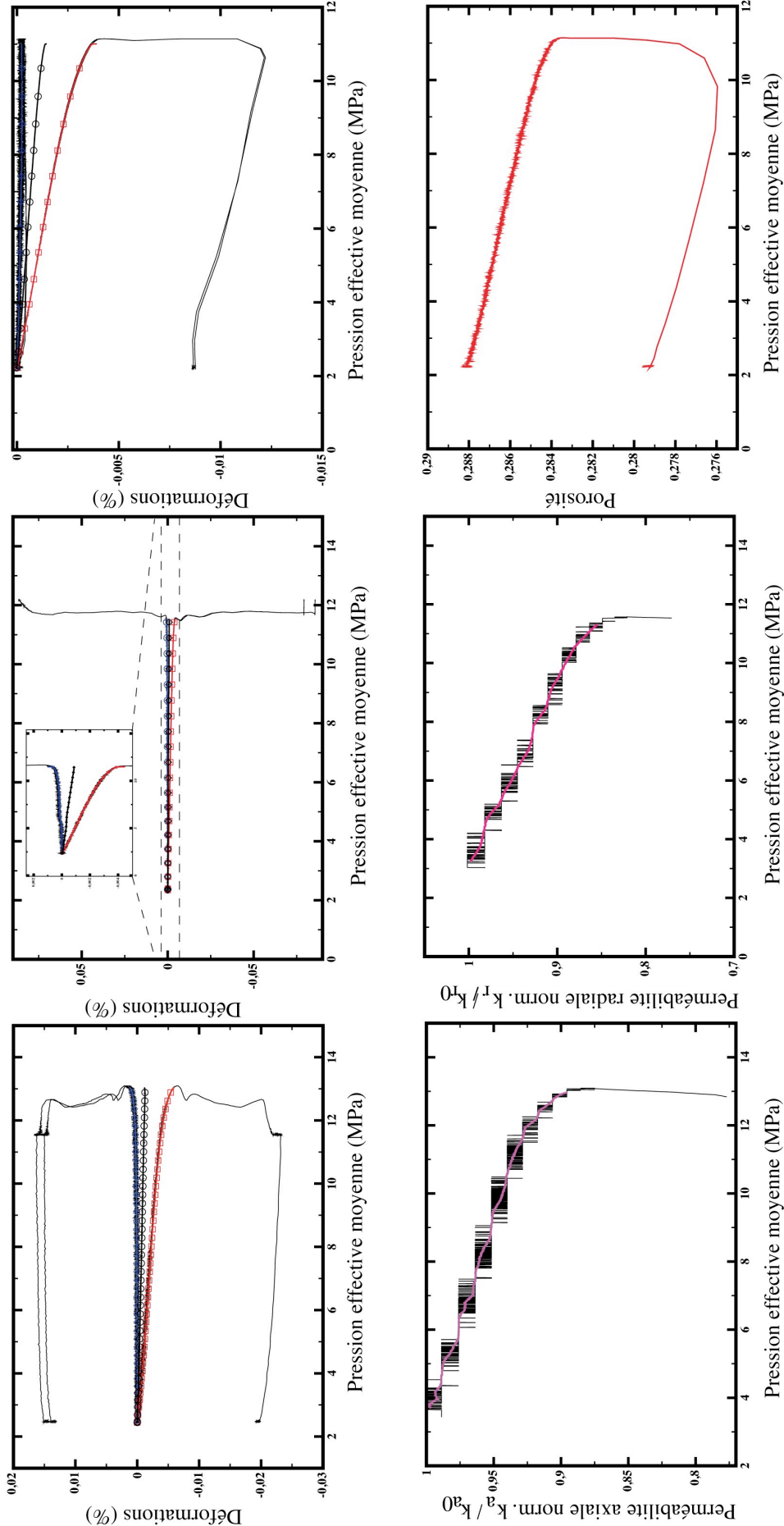
- Pages paires : Les évolutions de la déformation axiale (courbe rouge + \square), radiale (courbe bleue + \diamond) et du tiers de la déformations volumiques (courbe noire + \circ) sont reportées pour chaque essai de mesure de la perméabilité axiale, de la perméabilité radiale et de la porosité respectivement. Par ailleurs, les déformations sont ici comptées négativement en compression et positivement en extension.
- Pages impaires : Pour chaque essai, un tableau récapitulatif présente les mesures des porosités (méthode de saturation totale), des perméabilités $k_{az,FL}$, $k_{az,ML}$, k_{rx} et k_{ry} (exprimées en mD) aux états initiaux (à 3MPa) et finaux (décharge), les valeurs de pressions seuils (inélasticité et critique), la nature de l'endommagement mis en jeu, et la porosité mesurée par tomographie (mesure post-mortem).

ESSAIS SOUS CHEMIN DE CHARGEMENT $K = 0$



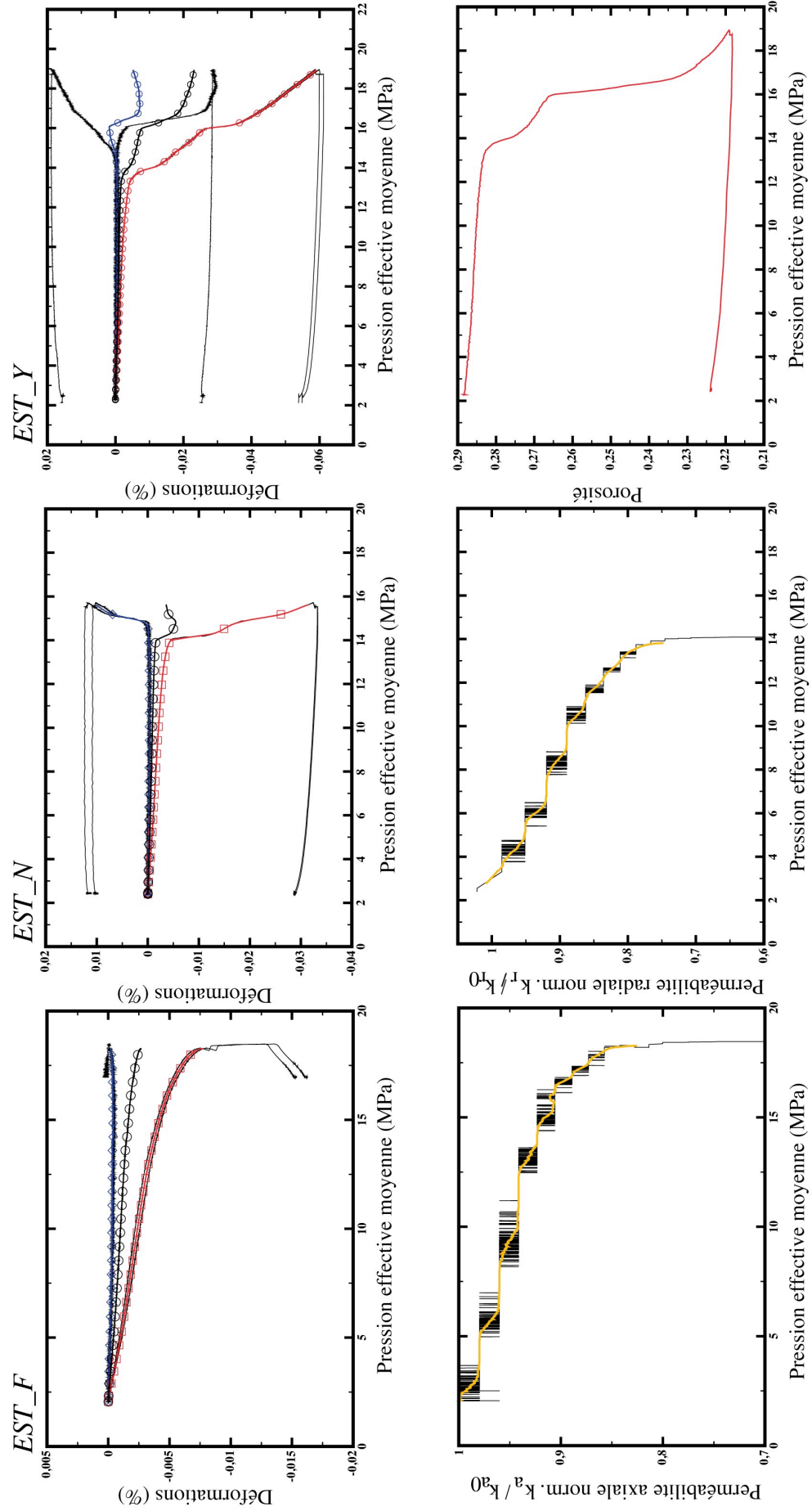
EST_H				EST_B				EST_X			
Porosité Initiale : 28,12 %				Porosité Initiale : 29,51 %				Porosité Initiale : 26,35 %			
Perméabilités Initiales				Perméabilités Initiales				Perméabilités Initiales			
kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	kaz,FL	kaz,ML	krx	kry
103,5	106,4	115,5	107,9	158,5	160,0	/	101,0	97,0	/	/	/
Pression d'initiation du régime inélastique 5,7 MPa				Pression d'initiation du régime inélastique 5,6 MPa				Pression d'initiation du régime inélastique 6,7 MPa			
Pression critique C* : 7,4 MPa				Pression critique C* : 8,2 MPa				Pression critique C* : 9,3 MPa			
Rupture : Fragile / Fracture unique à 30°				Rupture : Fragile / Fracture unique à 40° dans la partie haute de l'échantillon				Rupture : Fragile / Fracture unique à 30°			
Perméabilités finales				Perméabilités finales				Perméabilités finales			
kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	kaz,FL	kaz,ML	krx	kry
91,9	101,4	103,9	91,5	141,8	106,4	/	91,8	57,9	/	/	/
Porosité CT après essai : 28,26 %				Porosité CT après essai : /				Porosité CT après essai : /			
Mesures spécifiques : E = 8,13 GPa $\nu = 0,27$				Mesures spécifiques : E = 6,52 GPa $\nu = 0,24$				Mesures spécifiques : E = 5,18 GPa $\nu = /$			

ESSAIS SOUS CHEMIN DE CHARGEMENT $K = 0,125$



EST_O				EST_R				EST_W			
Porosité Initiale : 28,12 %				Porosité Initiale : 29,51 %				Porosité Initiale : 28,2 %			
Perméabilités Initiales				Perméabilités Initiales				Perméabilités Initiales			
kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	kaz,FL	kaz,ML	krx	kry
114,3	122,2	125,9	61,9	101,8	116,9	109,9	76,0	106,0	/	/	/
Pression d'initiation du régime inélastique 9,6 MPa				Pression d'initiation du régime inélastique 9,2 MPa				Pression d'initiation du régime inélastique 7,6 MPa			
Pression critique C* : 13 MPa				Pression critique C* : 11,5 MPa				Pression critique C* : 11,1 MPa			
Rupture : Fragile / Fracture colmatée à 60°				Rupture : Fragile / Fracture conjuguées induit la ruine de l'échantillon				Rupture : Fragile / Fracture unique à 60°			
Perméabilités finales				Perméabilités finales				Perméabilités finales			
kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	kaz,FL	kaz,ML	krx	kry
79,3	76,8	44,7	54,0	/	/	/	/	85,7	/	/	/
Porosité CT après essai : 26,39 %				Porosité CT après essai : /				Porosité CT après essai : /			
Régime dilatant accompagné d'une diminution de la perméabilité axiale. fracture non ouverte, non visible en tomodesitométrie.				La rupture induit la ruine de l'échantillon, la contrainte n'étant pas bloquée immédiatement, le capteur de déformation radiale saturent. Après décharge, l'échantillon est inexploitable				La fracture se propage dans la partie haute de l'échantillon et n'est pas détectée par le capteur de déformation radiale			

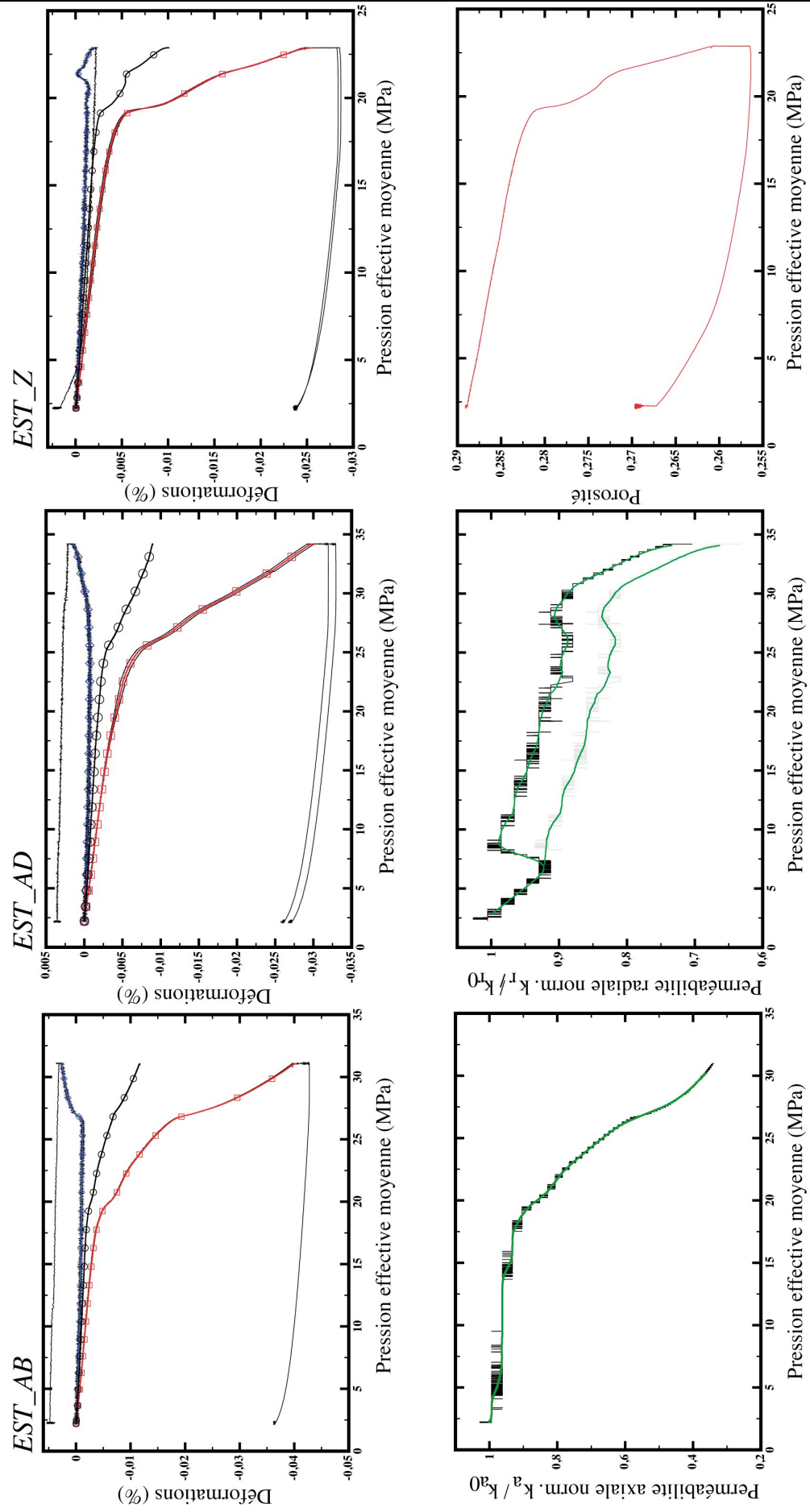
ESSAIS SOUS CHEMIN DE CHARGEMENT $K = 0,25$



EST_F				EST_N				EST_Y			
Porosité Initiale : 28,08 %				Porosité Initiale : 29,51 %				Porosité Initiale : 29,04 %			
Perméabilités Initiales				Perméabilités Initiales				Perméabilités Initiales			
kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	kaz,FL	kaz,ML	krx	kry
168,6	184,7	/	121,0	148,5	174,1	127,8	154,5	124,7	/	/	/
Pression d'initiation du régime inélastique 11,7 MPa				Pression d'initiation du régime inélastique 10,8 MPa				Pression d'initiation du régime inélastique 9,7 MPa			
Pression critique C* : 18,3 MPa				Pression critique C* : 14 MPa				Pression critique C* : 13,36 MPa			
Rupture : Fragile / Fracture se propageant dans le coin supérieur de l'échantillon				Rupture : Compaction cisailante. puis dilatance cataclastique.				Rupture : Compaction cisailante.			
Perméabilités finales				Perméabilités finales				Perméabilités finales			
kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	kaz,FL	kaz,ML	krx	kry
73,7	96,7	/	98,7	74,7	77,4	80,3	27,5	35,2	/	/	/
Porosité CT après essai : /				Porosité CT après essai : 27,64 %				Porosité CT après essai : /			
Malgré une fracturation n'affectant que la partie haute de l'échantillon, l'ensemble des perméabilités est affectée				Perméabilité très affectée par la déformation dans la direction y. Dilatance cataclastique à C*' = 14,8 MPa (réponse du cantilever en deux temps)				La divergence des voies du cantilever traduit un fort cisaillement, après un premier épisode de localisation. La porosité et la perméabilité sont alors fortement affectées.			

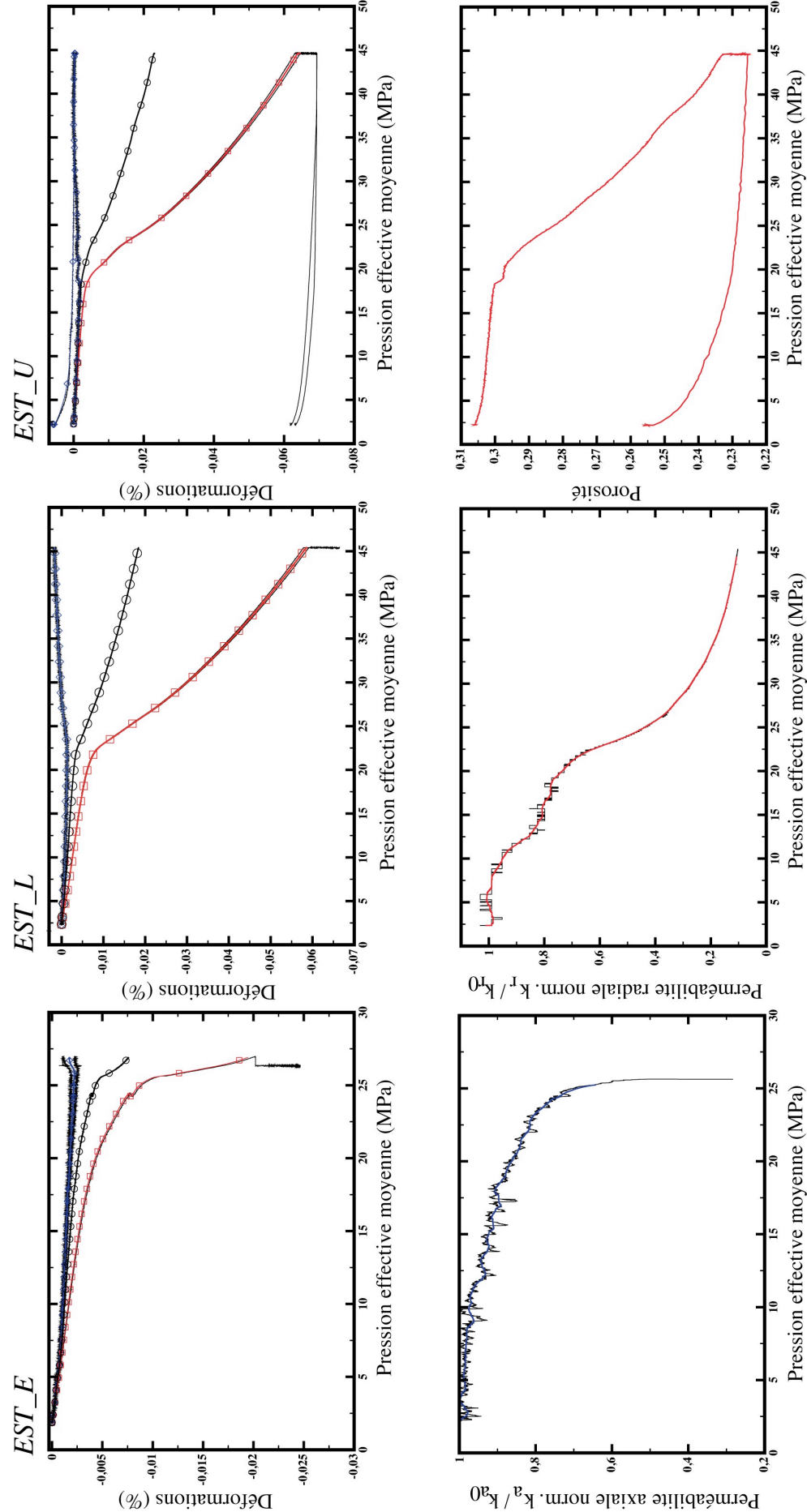
ESSAIS SOUS CHEMIN DE CHARGEMENT $K = 0,375$

- ANNEXE 1 -



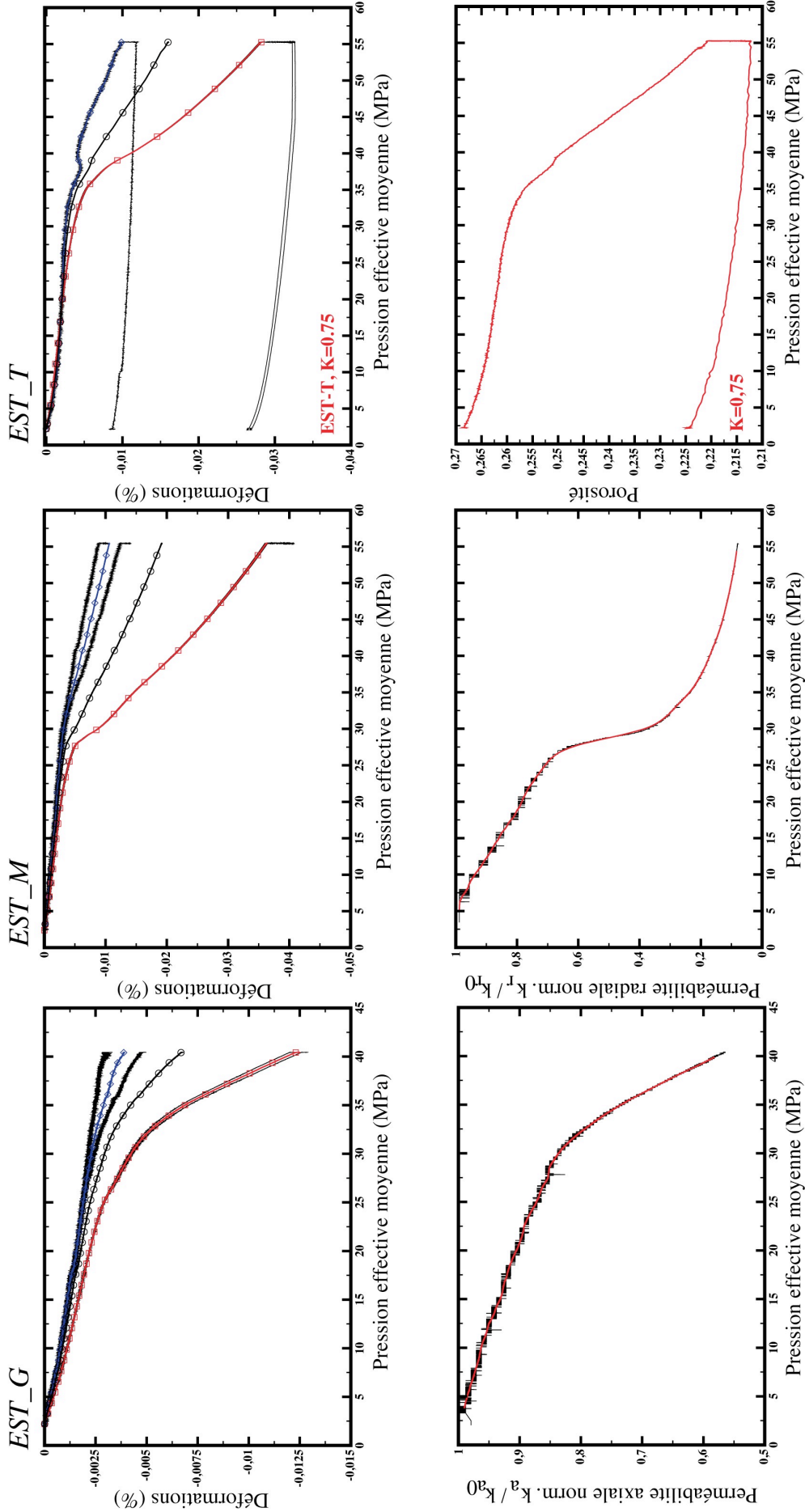
EST_AB					EST_AD					EST_Z				
Porosité Initiale : 26,84 %					Porosité Initiale : 24,46 %					Porosité Initiale : 28,91 %				
Perméabilités Initiales					Perméabilités Initiales					Perméabilités Initiales				
kaz,FL	kaz,ML	krx	kry		kaz,FL	kaz,ML	krx	kry		kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	
131,7	141,4	99,3	/		109,9	111,3	62,9	45,11		140,7	/	/	/	
Pression d'initiation du régime inélastique 14,1 MPa					Pression d'initiation du régime inélastique 13,6 MPa					Pression d'initiation du régime inélastique 14,5 MPa				
Pression critique C* : 18,7 MPa					Pression critique C* : 24,5 MPa					Pression critique C* : 19,5 MPa				
Régime compactant cisailant, puis dilatance cataclastique à C*=26,9 MPa					Régime compactant cisailant, puis seuil moins marqué que EST_AD à C*=27,2MPa					Rupture en compaction cisailante brutale, puis nouveau seuil à C*=21,8MPa				
Perméabilités finales					Perméabilités finales					Perméabilités finales				
kaz,FL	kaz,ML	krx	kry		kaz,FL	kaz,ML	krx	kry		kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	
42,9	46,9	/	/		29,6	42,9	33,0	10,4		72,2	/	/	/	
Porosité CT après essai : 24,84 %					Porosité CT après essai : /					Porosité CT après essai : 27,18 %				
Echantillon légèrement bombé en sortie de cellule, sans évidence de localisation. Forte diminution de perméabilité après décharge					Mesure de k_{ry} continue erronée, défaut de réponse du capteur ΔP en début d'expérience. Porosité la plus faible du jeu d'échantillon, la résistance semble la plus forte.					Pas d'évidence de cisaillement important en tomographie RX. Pas de réponse de la voie 2 du cantilever, difficile de lier ce second seuil à un mécanisme purement dilatant.				

ESSAIS SOUS CHEMIN DE CHARGEMENT $K = 0,5$



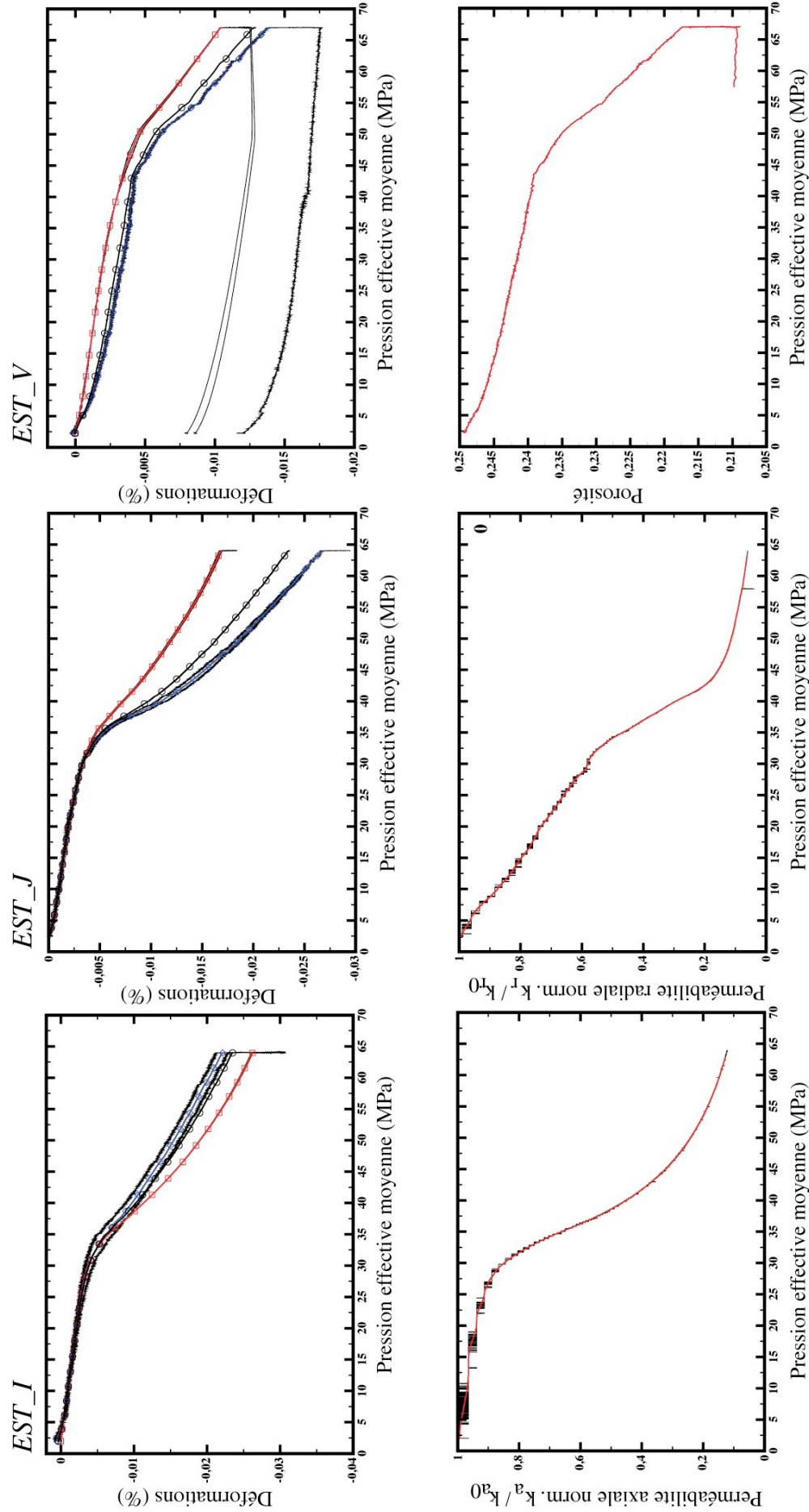
EST_E				EST_L				EST_U			
Porosité Initiale : 30,44 %				Porosité Initiale : 29,48 %				Porosité Initiale : 30,39 %			
Perméabilités Initiales				Perméabilités Initiales				Perméabilités Initiales			
kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	kaz,FL	kaz,ML	krx	kry
124,9	138,4	/	/	94,1	112,2	89,3	96,1	124,5	/	/	/
Pression d'initiation du régime inélastique 16,9 MPa				Pression d'initiation du régime inélastique 15,5 MPa				Pression d'initiation du régime inélastique 12,1 MPa			
Pression critique C* : 25,9 MPa				Pression critique C* : 22,5 MPa				Pression critique C* : 18,7 MPa			
Régime compactant cisailant, marqué par la réponse du cantilever				Régime compactant cisailant, marqué par la réponse du cantilever				Régime compactant cisailant, marqué par la réponse du cantilever (une seule voie)			
Perméabilités finales				Perméabilités finales				Perméabilités finales			
kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	kaz,FL	kaz,ML	krx	kry
/	/	/	/	17,5	20,2	10,1	10,7	19,9	/	/	/
Porosité CT après essai : 27,33 %				Porosité CT après essai : 25,43 %				Porosité CT après essai : 25,64 %			
Données de perméabilités finales effacées du disque de sauvegarde ! Néanmoins, forte chute de la perméabilité axiale à la rupture. Pas de structure clairement visible en tomographie RX				Très forte diminution de la perméabilité mesurée à la décharge. Comme pour EST_E, pas de structure caractéristique observée en tomographie RX.				Pas d'évidence de structure identifiables en tomographie RX. Très forte diminution de porosité et de perméabilité associée. Entrée dans le régime de compaction diffuse...			

ESSAIS SOUS CHEMIN DE CHARGEMENT $K = 0,75$



EST_G					EST_M					EST_T				
Porosité Initiale : 27,13 %					Porosité Initiale : 29,41 %					Porosité Initiale : 26,86 %				
Perméabilités Initiales					Perméabilités Initiales					Perméabilités Initiales				
kaz,FL	kaz,ML	krx	kry		kaz,FL	kaz,ML	krx	kry		kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	
70,9	81,5	/	56,1		138,9	152,4	97,9	122,3		134,4	/	/	/	
Pression d'initiation du régime inélastique 21,3 MPa					Pression d'initiation du régime inélastique 18,3 MPa					Pression d'initiation du régime inélastique 19,9 MPa				
Pression critique C* : 32,9 MPa					Pression critique C* : 28,1 MPa					Pression critique C* : 35,2 MPa				
Rupture : Effondrement de la porosité					Rupture : Effondrement de la porosité					Rupture : Effondrement de la porosité				
Perméabilités finales (mesurées avt décharge)					Perméabilités finales					Perméabilités finales				
kaz,FL	kaz,ML	krx	kry		kaz,FL	kaz,ML	krx	kry		kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	
28,5	28,6	/	18,5		16,3	26,0	12,4	11,3		30,4	/	/	/	
Porosité CT après essai : /					Porosité CT après essai : 24,71 %					Porosité CT après essai : 25,16 %				
Problème de chemin de déchargement rencontré. Echantillon inexploitable après sortie de cellule.					Effondrement de la porosité se traduit par une très forte diminution de la perméabilité indépendamment de la direction de mesure. Stabilisation de la mesure continue à forte pression effective. Densification homogène observée en tomographie RX.					Diminution linéaire de la porosité après la rupture (comportement différent de celui de la perméabilité). Densification homogène observée en tomographie RX.				

ESSAIS SOUS CHEMIN DE CHARGEMENT $K = 1$



EST_I				EST_J				EST_V			
Porosité Initiale : 28,76 %				Porosité Initiale : 29,06 %				Porosité Initiale : 24,82 %			
Perméabilités Initiales				Perméabilités Initiales				Perméabilités Initiales			
kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	kaz,FL	kaz,ML	krx	kry
146,0	159,7	158,7	157,7	169,2	183,4	166,4	130,6	76,9	/	/	/
Pression d'initiation du régime inélastique 21,1 MPa				Pression d'initiation du régime inélastique 22,7 MPa				Pression d'initiation du régime inélastique 26,8 MPa			
Pression critique C* : 33,0 MPa				Pression critique C* : 33,5 MPa				Pression critique C* : 44,5 MPa			
Rupture : Effondrement de la porosité				Rupture : Effondrement de la porosité				Rupture : Effondrement de la porosité			
Perméabilités finales				Perméabilités finales				Perméabilités finales			
kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	kaz,FL	kaz,ML	krx	kry	kaz,FL	kaz,ML	krx	kry
12,0	13,1	9,7	9,0	10,5	11,5	6,0	7,0	/	/	/	/
Porosité CT après essai : 23,46 %				Porosité CT après essai : 23,12 %				Porosité CT après essai : 22,77 %			
Unique mesure de perméabilité continue réalisée jusqu'aux limites du dispositif. Endommagement diffus de l'échantillon marqué par une très forte diminution de porosité et de la perméabilité indépendamment de la direction de mesure.				Endommagement diffus de l'échantillon marqué par une très forte diminution de porosité et de la perméabilité indépendamment de la direction de mesure. Vers une stabilisation de la mesure continue à plus forte pression effective.				Echantillon le moins poreux de cette série, et également le plus hétérogène. Résistance à la rupture la plus forte. Diminution de porosité moindre. Densification des zones les plus poreuses observée en tomographie RX. Forte influence du degré d'hétérogénéité sur la localisation et les propriétés mécaniques.			

- ANNEXE 2 -

PUBLICATION 3

Proceeding – SCA2008-26 – préparé pour présentation à la conférence : ‘Internal Symposium of the Society of Core Analysts’ – Abu Dhabi – UAE – 29 Octobre au 2 Novembre 2008

LABORATORY DETERMINATION OF STRESS-PATH DEPENDENCY OF DIRECTIONAL PERMEABILITIES OF ESTAILLADES LIMESTONE

LABORATORY DETERMINATION OF STRESS-PATH DEPENDENCY OF DIRECTIONAL PERMEABILITIES OF ESTAILLADES LIMESTONE

J. Dautriat^(1,2), N. Gland⁽¹⁾, A. Dimanov⁽²⁾, J. Raphanel⁽²⁾, O. Vizika⁽¹⁾

⁽¹⁾ Institut Français du Pétrole, 1 & 4 av. de Bois-Préau, 92852 Rueil-Malmaison, France

⁽²⁾ Laboratoire de Mécanique des Solides, Ecole Polytechnique, 91128 Palaiseau, France

*This paper was prepared for presentation at the International Symposium of the
Society of Core Analysts held in Abu Dhabi, UAE 29 October-2 November, 2008*

ABSTRACT

The influence of stress paths representative of reservoir conditions on the mechanical behavior and the coupled permeability evolutions of a carbonate has been investigated. To predict the permeabilities evolutions under triaxial loading, we have developed a triaxial cell designed to allow the measurements of the permeability in three orthogonal directions, along and transverse to the maximum principal stress direction. A set of core samples are mechanically loaded following different stress paths, characterized by a constant ratio $K = \Delta\sigma_H / \Delta\sigma_V$. Our experimental set-up allows the monitoring of the petrophysical and geomechanical parameters during loading, before and post sample damage. The tested rock is an analog reservoir carbonate, the Estailades Limestone, characterized macroscopically by a porosity around $\phi \sim 29\%$ and a moderate permeability around $k \sim 150 \text{ mD}$. From our experimental results, the failure envelope of this carbonate is determined and the evolution of the directional permeabilities are examined in the (p', q) diagram. According to the followed stress path, permeabilities reductions can be limited or drastic. In addition, to identify the micro-mechanisms responsible for the measured permeabilities evolutions, we performed microstructural analyses on deformed samples. In the near-elastic domain, brittle damage induces limited directional permeabilities modifications; whereas, at higher stress, depending on K , shear induced dilation or shear induced compaction mechanisms are activated. The highest permeability drop occurred for the hydrostatic compression ($K=1$), in the compaction regime, characterized by pore collapse mechanisms affecting preferentially the macroporosity.

INTRODUCTION

Oil field production leads to change in reservoir pore pressure, resulting in modifications of effective stresses acting on the reservoir; it induces both elastic and inelastic microscale deformations and potentially compaction at the reservoir scale. The changes of the porous structure directly modify the transport properties, and thus the production efficiency (Schutjens and De Ruig, 1997). Indeed due to the reservoir boundaries conditions, the pore pressure drop affects preferentially the vertical component of stress, which has a direct

impact on the horizontal permeability, generally closely related to the production rate. It is thus of major interest to study experimentally the effects of representative stress field conditions on transport properties, and more especially the anisotropy evolutions. Whereas numerous studies of the literature are aimed at highlighting the hydro-mechanical relationships of various rock types (sandstones (Rhett and Teufel, 1992), chalks (Jones and Mathiesen, 1993), stiff carbonates (Yale and Crawford, 1998)), the common experimental set-ups are limited to the measure of the permeability evolution along the maximum principal stress direction only. In this study, samples of Estailades limestone, a high porosity and moderately permeable carbonate, have been subjected to different stress paths representative of reservoir conditions, using a triaxial cell designed to measure both the axial and radial components of the permeability tensor. Previous studies have stated that the evolutions of permeability under stress are closely related to the modification of microstructures induced by mechanical compaction effects; therefore, we complement our results for macroscopic permeability evolutions, by microstructural characterizations of the damaged samples.

EXPERIMENTAL PROCEDURE

Experimental Set-Up

This study has been conducted with the triaxial cell described by Dautriat et al. (2008), which is designed to allow permeability measurements in three orthogonal directions (see figure 1). The cell is operated using two high pressure pumps, in order to apply independently confining and axial pressures (ranging from 3 to 69 MPa), and one intermediate pressure pump to generate brine flows through the rock sample. To insure a constant brine viscosity in all the set-up, the cell is placed inside an oven and the pore fluid pump and the external flow lines are also thermally regulated. The cell is equipped with both radial and axial deformation sensors. The displacement of the axial piston, related to the axial shortening of the sample, is recorded by two external Linear Variable Displacement Transducers (LVDT) fastened parallel between the upper mobile piston and the lower fixed piston. The radial strains of the core are measured by a double channel cantilever sensor fastened on the sleeve inside the cell.

The most important innovation of our set-up is related to the special equipment of flow ports of the core sleeve. Usually, the permeability measurements in classical triaxial set-ups are achieved by measuring the pressure differential generated by a flow between the inlet and the outlet of a cylindrical sample in the maximal principal direction of stress. This standard measurement is still possible with our set-up (through items 8 and 9), but additionally we are able to measure the intermediate pressure differential induced by an axial fluid flow between two points located at 1cm of each sample end, using small fluid pressure samplers in contact with the lateral core surface (items 10 and 11). This original measure allows to suppress the compression end effects on axial permeability measurements, as illustrated in a previous work (Dautriat et al., 2008). In order to measure

the evolution of permeability along the diameter of the core sample, specific coaxial radial flow ports (items 12 and 13) have been installed. In two orthogonal directions, an injector is facing a receptor, to generate fluid flow and to measure the associated pressure differential. These internal flow ports are connected to the external flow lines system (item 14) by sealed feedthrus.

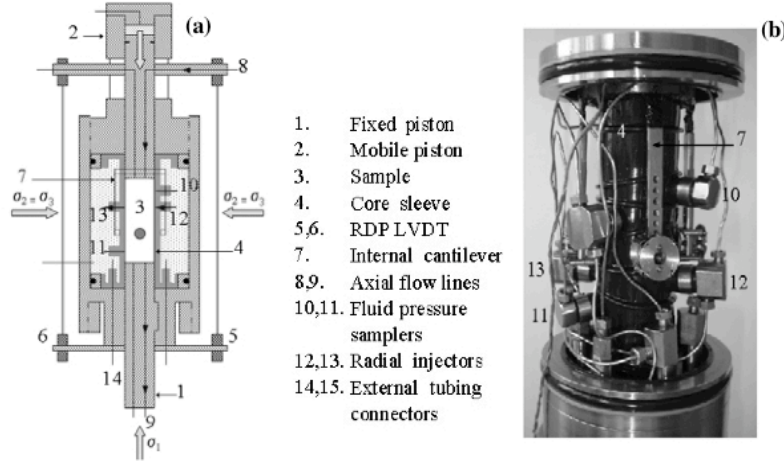


Figure 1 : (a) Simplified scheme of the triaxial cell used in this study and (b) picture of the equipped core sleeve, from *Dautriat et al. (2008)*.

Permeabilities Calculation

In this study, the directional permeabilities are measured by the steady state method. The pressure differential is measured by a $\pm 400\text{mbar}$ Δp sensor. For stepwise loading, at least five increasing flow rates are applied. During continuous loading, a constant flow rate is used. Flows are always performed in the same directions. Both axial permeabilities are calculated using the classical Darcy equation; the differential pressure sampling length equals the sample length ($\sim 80\text{ mm}$) for the case of the full-length axial permeability calculation ($k_{az,Fl}$), or equals the spacing between the pressure samplers ($\sim 60\text{ mm}$) for the case of mid-length axial permeability calculation ($k_{az,ML}$). For the two radial measurements, a modified Darcy law is employed:

$$\frac{Q}{A_r} = G \frac{k_r}{\mu} \frac{\Delta P_p}{D},$$

where a correcting factor G is introduced to take into account the deviation from straight flow lines between the transverse flow ports of cross sections A_r along the diameter D of the sample. Following the methodology described by Bai et al. (2002) and considering the specific geometry of our set-up, a 3D finite element computation has been performed to solve the flow problem at Darcy scale and to calculate G using the relation linking the experimental flow shape to an ideal cylindrical Darcy flow:

$$G = \frac{\Delta P_{Darcy}}{\Delta P_{Exp}} = \frac{A_{Exp}}{A_{Darcy}}$$

For the ideal case of a homogeneous and isotropic material, the calculated G factor equals 5.5. This factor is quite sensitive to the permeability anisotropy of the tested materials. As discussed by Dautriat et al. (2007), the assumption of a constant value for G is valid when the transverse permeability anisotropy remains less than 20%.

Sample Preparation

We have prepared a set of Estailades limestone samples from the same rock block oriented with an orthogonal frame (x, y, z). In order to fit the core sleeve dimensions, the cylindrical samples have a diameter $D=38.1 \text{ mm}$ and a length $L=80 \text{ mm}$. All the samples have been cored along the direction z and the directions x and y have also been reported. The macroplugs are then dried at 60°C during 48 h ; their dry-weights are measured and the plugs are finally saturated under void by NaCl brine with a concentration of 20g.L^{-1} ; the mass of the saturated samples are then measured in order to estimate their initial porosity. In addition, smaller samples have also been cored to perform Hg porosimetry, ultrasonic P-wave measurements and Micro Computed Tomography (MCT) scans. Finally, sample fragments were also collected for Scanning Electron Microscopy (SEM) observations.

Compression Test Protocol

In this study, we present results obtained during moderately rated ($\sim 6\text{MPa.h}^{-1}$) continuous loading. As discussed by Heiland and Raab (2001), the continuous loading (opposed to the stepwise loading) limit the effects of differed mechanisms of deformation accommodating the imposed stress, such as creep mechanism, which could influence the permeability measurements. However, by operating in continuous mode, we are not able to measure simultaneously the directional permeability evolutions on a single sample and we need to use several samples to describe the carbonate hydro-mechanical behaviour for different stress path. The saturated sample is placed vertically into the core sleeve, an initial hydrostatic pressure of 3MPa is applied to ensure the sealing of the core sleeve around the sample, and the pore pressure is increased up to 1MPa . The temperature of the oven is then regulated at 40°C , as well as the pore fluid pump and the external flow lines. When the thermal equilibrium of the system is reached ($\sim 12\text{h}$); the deformation sensors are initialized to zero. At this stage, a first set of permeability measurements $\{k_{az,Fl}; k_{az,Ml}; k_{rx} \text{ and } k_{ry}\}$ is performed at 3MPa in the three directions. During the loading, a moderate constant flow rate is applied through the sample and the induced small pressure differential is measured in the considered flow direction, at constant back pressure of 1MPa . The axial loading is performed at a small rate of 0.1MPa.min^{-1} and the confining pressure is increased keeping $K=\Delta\sigma_r/\Delta\sigma_a$ constant. The experiment is stopped when a sample failure occurs or when the pressure limit of $\sim 69\text{MPa}$ is reached. During the loading, the pressure differential evolution as well as the axial and radial deformations are recorded on an acquisition bench and stored

on a computer. The permeability can then be calculated taking into account the deformations of the sample and the direction of measurement.

TESTED MATERIAL – PETROPHYSICAL PROPERTIES

The studied material is a natural carbonate, the Estailades limestone, obtained at the Oppède quarry in the south of France. As revealed by the MicroTomography reconstructions and the Scanning Electron Microscopy observations, this carbonate is composed of two kinds of loosely packed dense or microporous calcite aggregates. In Back Scattering Electron images, the dense and microporous calcite clusters appear in light and dark grey (see Fig. 2a) respectively, while the macroporosity (figure 1a) and the microporosity (see Fig. 2b) of the loose calcite aggregates appear in black.

The porosity of the samples has been measured using different techniques, dry-wet weight measurements, CT-Scan profiles on the macro-plugs, Nitrogen Accupic, Hg porosimetry on the microplugs. Absolute Permeability has been measured on a single flow set-up using the steady state technique as described previously. The porosity measured by dry-wet weights is close to 29 % and the average initial permeability is about 150 *mD*. The bimodal distribution of the pore radii extracted from the Hg porosimetry is characterized by two peaks associated to the macroporosity and the microporous aggregates, respectively centred at 10 μm and 0.2 μm . We note that the pore sizes inside the microporosity are less than 1 μm and cannot be resolved by the MicroTomography. In order to estimate the structural anisotropy of the Estailades limestone, we have performed ultrasonic P-wave measurements following Louis et al. (2004) protocol. Despite its microstructural complexity, this limestone exhibits a small velocity anisotropy ($\sim 6\%$), mostly supported by a preferred pore shape orientation, as revealed by the increase of velocity anisotropy of 7 % in saturated conditions. The axis of maximum velocity is aligned with the plugging direction, *z* (Dautriat et al. 2007).

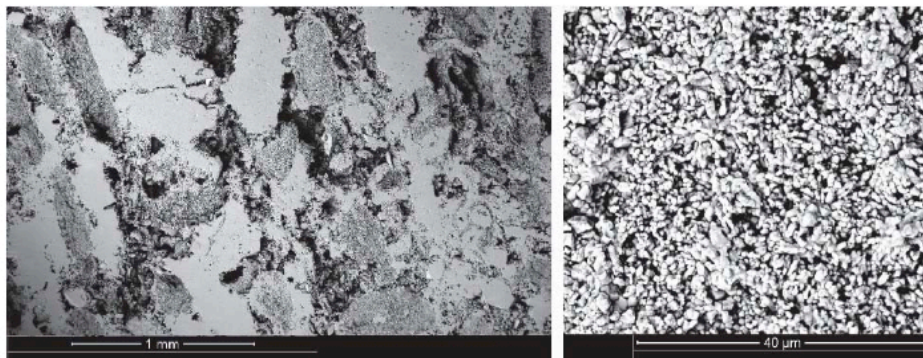


Figure 2: SEM images, in Backscattering Electron (BSE) mode. On the left side (a) we show the microstructure of the Estailades limestone. The macroporosity appears in black. The light and dark grey phases are respectively dense and microporous calcite aggregates. On the right side (b) we focus on the structure of the microporous calcite aggregates.

EXPERIMENTAL RESULTS

Validation of Experiments – Preliminary Stepwise Hydrostatic Loading

On figure 3, we present the results of a preliminary hydrostatic compression test performed in a stepwise way. This stepwise test has been conducted to integrate all the directional permeability measurements and the reduction of porosity recorded at each pressure increase step to fit accurately this complete set of measurements on a single sample. We report the evolutions of the porosity and the directional normalized permeabilities (Fig. 3a and Fig. 3c, respectively). In the range of small confining pressures, from 3 MPa to 25 MPa, the porosity and the permeabilities follow a similar linear trend, corresponding to the elastic regime. The porosity (initially at 27.5%) decreases more rapidly above 25 MPa and drops drastically to 24 % after 35 MPa. Independently of the direction measurement (axial and radial), the permeabilities also decrease strongly, to reach ~10-20% of the initial value. This pressure, referenced as the critical p^* , corresponds to an homogeneous pore collapse. This state of irreversible deformation is confirmed by the residual values of porosity (~24 %) and permeabilities (~20 mD) measured after unloading. This drastic loss of porosity and permeability can be correlated to the results of Hg porosimetry (Fig. 3d) and MCT microstructural observations (Fig. 3b) performed on the damaged sample. The Hg porosimetry reveals a shift to the left of the peak associated to the macropores from 10 μm to 3.5 μm , whereas the peak associated to the microporosity (0.2 μm) remains almost unaffected. The MCT reconstruction performed on the damaged sample shows clearly that the macroporosity is substantially affected by pore collapse, whereas the microporous aggregates do not present evidence of crushing or densification.

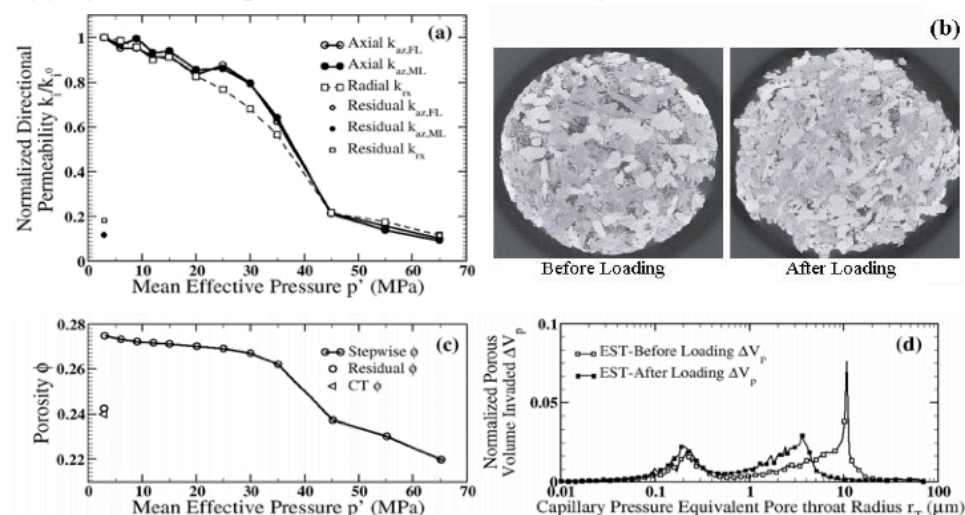


Figure 3: (a) Normalized directional permeabilities and (c) porosity evolutions with mean effective pressure; (b) MCT density map at 3 μm resolution of Estailades limestone before and after stepwise hydrostatic compression; (d) Hg porosimetry from 0.01 up to 400MPa of Estailades limestone before and after the compression experiment.

Stress Path Dependency of the Mechanical Response

On figure 4, we present the evolutions of the volumic strain, defined as $\varepsilon_v = (\varepsilon_a + 2\varepsilon_r)$, and the shear strain, defined as $\varepsilon_s = 2/3(\varepsilon_a - \varepsilon_r)$, for one of the two sets (axial k, radial k) of continuous loading experiments. According to the different applied stress paths characterized by the ratio K, we observe three deformation regimes. (1) For low stress paths ratios, K=0 and K=0.125, the samples are undergoing brittle failure at a critical effective pressure C', respectively close to 8 MPa and 13 MPa; the foregoing inelastic regime is characterized by dilatancy of the samples, occurring at 6.5 MPa and 9.6 MPa respectively. (2) When the stress paths ratio becomes greater than K=0.5, the deformation of the sample remains purely compressive beyond the elastic regime and is characterized by an important volumic strain, as observed in the stepwise hydrostatic loading (see Fig. 3), which corresponds to a pore collapse regime. (3) For intermediate stress path ratios, the samples exhibit either dilatant or compressive regime: the two samples subjected to the stress path K=0.25 present an intermediate behavior; in the inelastic regime, while the radial deformation tends to be extensive, the average volumic strain is clearly compressive. In addition, we observe that the damage of the sample occurs at the highest shear stress in comparison to all the other tested samples.

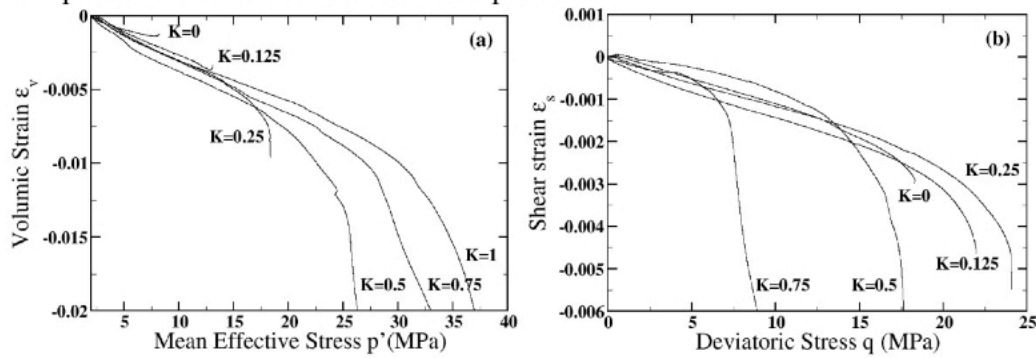


Figure 4: (a) Evolution of Volumic Strain with increasing Mean Effective Stress and (b) Evolution of Shear Strain with increasing Deviatoric Stress, along different stress path ratios K ranging from 0 to 1, for one of the two sets (set 1: k_a , set 2: k_r) of the compression experiments.

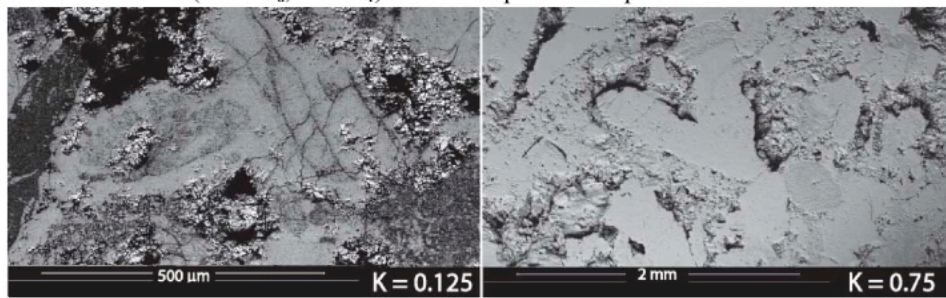


Figure 5: SEM images, in Back Scattering Electron (BSE) mode, of two deformed samples. On the left (a): the sample subjected to low stress path ratio K=0.125 shows pervasive microfracturing of the dense aggregates. On the right (b): the sample subjected to a high stress path K=0.75 shows a denser microstructure compared to the undeformed sample (see Fig. 2), which gives evidence of pore collapse.

Inelastic Regime and Yield Envelopes

In the elastoplastic critical state model, a yield surface (cap) establishes the boundaries of the region of elastically sustainable stresses. Changes of stress within the yield surface are accompanied by purely recoverable deformations. The yield envelope can be described as an eccentric ellipse and a critical state line equated with the linear Mohr Coulomb strength envelope; its slope is best defined experimentally through a combination of drained triaxial tests at low mean effective stress (often at low confining pressure). The critical state line divides the stresses space into a zone of dilatation to the left and a zone of compression to the right. The extent of the dilation zone is delineated by the linear Mohr-Coulomb peak/fracture strength envelope and is constrained to meet the yield cap at their common point of tangency. Some authors recommend uniaxial undrained tests to constrain more efficiently this critical state line. We are not able to report the results of such undrained tests, because the monitoring of the pore pressure increase is not yet implemented in our set-up. Beyond the yield envelope, hardening parameters are required to describe how the cap evolves with strain.

Figures 6a and 6b present the criterion and method of determination of inelastic and yield stresses, used in our study. The inelastic stress is determined by the deviation from purely elastic response, such as the departure point from linearity of axial strain. The yield stress is determined either by the intersection of the tangents to the elastic and plastic responses for stress path ratio $K \geq 0.5$ (when the plastic regime is well identified and showing a mostly linear response, as see on Fig. 6a), or directly by the peak strength, for small K leading to a brittle regime at high differential stress q (see Fig. 6b). A critical state interpretation for the Estailades Limestone is shown on figure 6c with drained K -paths represented as solid straight lines. Many authors (Baud et al. 2006) agree to conclude that the initial yield stresses at the onset of shear-enhanced compaction are in good agreement with an elliptic cap with semi-axes A and B and center at $(C, 0)$, represented by equation:

$$\frac{(P-C)^2}{A^2} + \frac{Q^2}{B^2} = 1,$$

It is also assumed that both the initial and subsequent yield stresses can be described by such elliptic caps. For the Estailades limestone, with such assumption, we find (see Fig.6c): (1) for the departure from elasticity, the best fit is obtained with parameters $A=9.46$, $B=13.33$ and $C=12.02$; (2) for the yield cap, the best fit is obtained with the set $A=15.73$, $B=21.06$ and $C=17.09$. More generally, these three parameters should be functions of the volumic strain. These two inelastic limits and yield caps are shown as dashed lines and curves on figure 6c. However, owing to the limestone heterogeneity, we observe that between two samples subjected to the exact same stress path, the initiation of yield deformations may happen at fairly different stress levels. For instance, mechanisms of pore collapse activated for a stress path ratio $K=0.75$, occur at $p'=34 \text{ MPa}$ for one experiment, and at $p'=24 \text{ MPa}$ for the other. While our yield data present some scattering, the pertinence of an elliptic cap model seems reasonable. Lower and upper bounds of the

caps are reported as lighter dashed curves. Further experiments are needed to define more accurately the bounds and shape of the yield envelope. On the figure 6c, we also report the yield stress determined with an Unconfined Compressive Strength (UCS) test conducted on an axial loading bench in dry condition, in order to constrain more efficiently the brittle failure criterion (Mohr-Coulomb line). Our set-up is not well adapted for UCS tests, because to conduct permeability measurements, we apply a small confining pressure to ensure the core/sleeve sealing. Uniaxial Compression Test (imposed zero radial strain), more representative of reservoir loading path, will be performed as well, when the servo-control of radial strain by confining pressure will be operational.

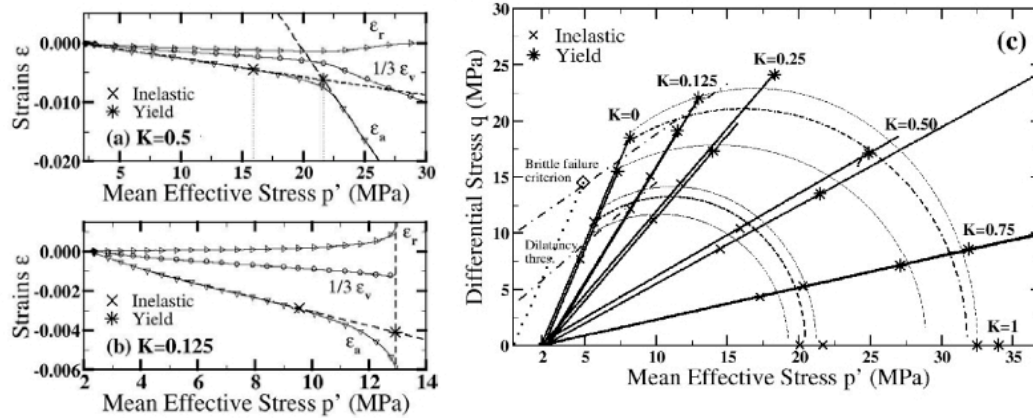


Figure 6: Examples of determination of Inelastic (cross) and Yield (star) stresses from stress-strain curves, on Estailades samples subjected to loading with stress path ratio (a) $K=0.5$ and (b) $K=0.125$. (c) Inelastic and Yield envelopes determined from the compression experiments with stress paths ratios from $K=0$ to $K=1$, and from an additional UCS test (diamond symbol). Eccentric elliptic caps in the compaction regime (right) and Mohr-Coulomb Line in the dilatation regime (left).

Directional permeabilities evolutions

Figure 7 presents the evolutions of axial and radial normalized permeabilities k/k_0 (k_0 at $p_0=30\text{bar}$) measured during continuous loading versus the mean effective stress p' for the different stress paths. The axial permeability measurements were performed up to the initiation of the fracture or pore collapse, after which the loading is stopped and the stresses decreased back to the initial hydrostatic stress. The radial permeability measurements were measured up to the maximum axial pressure of 65MPa . For both axial and radial permeabilities, in the regime of elastic deformation, we observe a linear evolution of permeability with the mean stress. Taking into account, the fluctuations of permeability at low mean stress (mainly due to the sensitivity of the pressure differential sensor), the reduction rate of axial permeability seems to increase slightly as the stress path ratio decreases (see Fig. 7a). Also, this permeability reduction rate is more pronounced for radial permeability (direction transverse to the maximal axial stress) (see Fig. 7b) even for $K=1$. This could be related to a greater influence of the initial pre-existing microstructural anisotropy during elastic compaction. Once the inelastic threshold is reached, the

permeability reduction deviates from linearity and diverges in the vicinity of the yield stress. For radial permeability (see Fig. 7b) measured beyond the critical pressure of pore collapse (stress path ratio greater than $K \geq 0.25$), transition from elastic to plastic deformation response is clearly marked. As the rock stiffens at high mean pressure, permeability stabilizes and tends to follow again a linear behaviour. The same directional permeabilities data can also be plotted versus the shear stress q (see Fig. 7c and Fig. 7d) to identify the role of shear mechanisms. We observe that the resistance of the rock to shear stress is maximum for low to intermediate stress path ratios $0.125 < K < 0.25$. As a consequence, the linear decrease of permeability holds until shear stress $q \sim 15 \text{ MPa}$ to 20 MPa in this intermediate regime. For small K , a lower shear stress generates fracture leading potentially to a permeability increase, whereas for large K , plastic compaction develops also at lower shear stress.

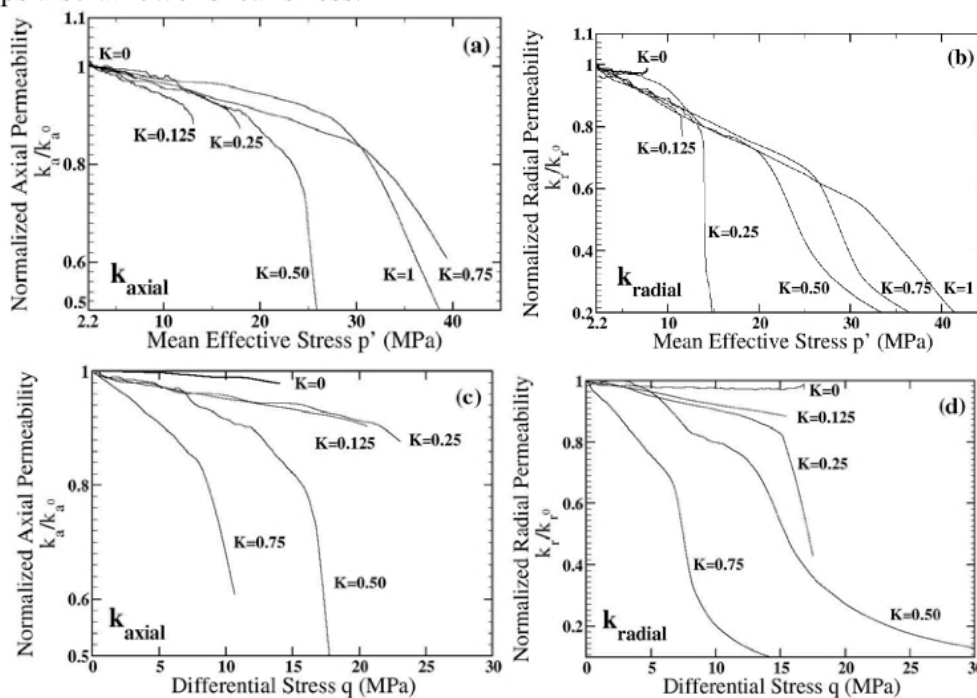


Figure 7: Normalized axial and radial permeabilities evolutions with Mean Effective Stress p' (respectively a and b), and with Differential Stress (respectively c and d) for stress path ratios ranging from $K=0$ to $K=1$.

The data of figures 7 have been transposed in the (p', q) stress space (see Fig. 8); the axial and radial isopermeabilities contours were constructed using a linear interpolation function. A suitable window averaging has been applied to the data to limit the fluctuation effects discussed previously, resulting in smoothed k -surfaces. Each contour corresponds to a permeability reduction of 5 %. We also report on this figure the stress paths and the inelastic and yield envelopes. Permeabilities are mapped on both dilatant and compactive

regions. While, for the axial permeability (see Fig. 8a), the compression has been stopped at the yield stress, for the radial permeability, the compression was pushed above, and the interpolation becomes possible for higher mean effective stress.

In the near-elastic regime, radial permeability decreases faster than axial permeability. For stress path $K > 0.25$, the iso-permeability contours get closer when the inelastic yield is reached, and remain quite congruent with the yield cap. Beyond the yield cap, the rate of radial permeability decrease slows down, due to sample hardening. For stress path $K < 0.25$, at high shear stress, the iso-permeability contours tend to deviate from verticality (control of effective mean pressure) to bend to the left following the inelastic and yield lines. Crawford and Yale (2002) observed similar results on 'high porosity/high permeability' carbonates. The isopermeability contours are close to verticality in the near elastic regime. The permeability response appears to be essentially controlled by the mean effective pressure, meaning that the hydrostatic part of the stress tensor is primarily responsible for the permeability reduction. The higher radial permeability decrease could be induced by the initial structural anisotropy of the samples. The deviation of isopermeability contours observed in the yield cap vicinity could be related to a more important contribution of shear mechanisms in this deformation regime. As observed by Shafer et al. (2008), stress dependency of permeabilities may differ between constant pore pressure stress paths, investigated in this study, and pore pressure depletion tests.

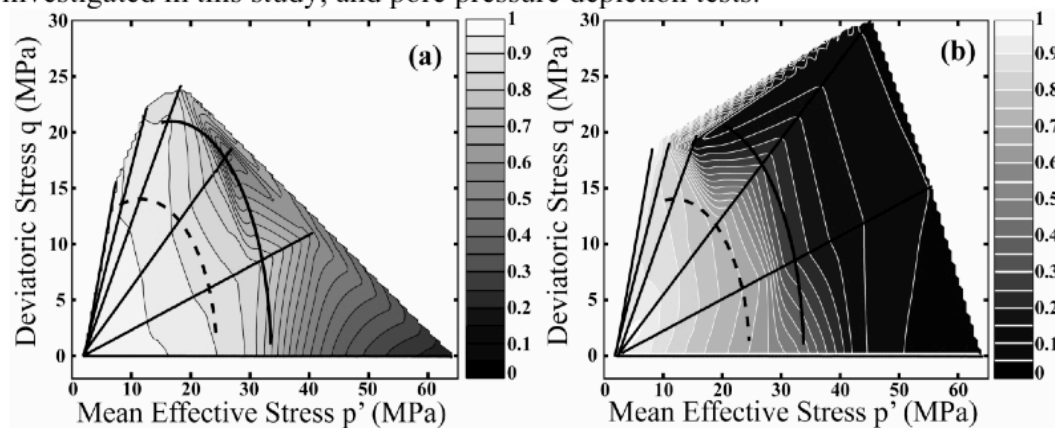


Figure 8: Axial (a) and radial (b) isopermeability contours spaced of an equivalent permeability reduction of 5%, transposed into the (p', q) plane. Straight lines represent the different slopes of the applied stress paths, and dashed lines are the inelastic and yield cap.

CONCLUSIONS

We have measured the deformation and the evolution of axial and radial permeabilities, while running continuous triaxial compression experiments on carbonate rock characterized by bimodal porosity, following different stress paths with ratios varying from $K=0$ to $K=1$. We have been able to measure permeabilities in all directions, not only in the elastic regime of deformation, but also after the critical pressure inducing important microstructural changes corresponding either to shear localization or to homogeneous pore collapse.

Microstructural analysis revealed that for low K, dense calcite aggregates were microfractured, whereas for high K, pore collapse acts as a diffuse mechanism affecting essentially the macroporosity. On our experimental data sets, we have applied a methodology for the construction of the inelastic and yield caps in the (p',q) diagram. In addition, we have mapped the axial and radial permeability responses as isocontours in the (p',q) stress space. For large K ratios, in the near elastic regime, we observe that permeability evolutions are mostly related to the hydrostatic component of the applied stress field. The more pronounced reduction of radial permeability remains to be investigated in the continuation of this work; it may be related to the initial microstructural anisotropy of this Estailades limestone. For small K ratios, at high stress, the directional permeabilities are mostly influenced by the shear stress. Such petrophysical data of directional permeabilities alteration mapped in the (p',q) stress space, could be introduced in coupled reservoir/geomechanic simulation tools to improve production management of stress sensitive reservoirs, due to strong interactions between stress-strain states, rock fabrics and associated flow properties.

REFERENCES

- Bai M., Meng F., Roegiers J.C. and Green S., "Improved Determination of Stress-Dependent Permeability for Anisotropic Formations", *SPE/ISRM*, **78188**, 2002.
- Baud P., Vajdova V. and Wong T.F., "Shear-Enhanced Compaction and Strain Localization: Inelastic Deformation and Constitutive Modelling of four Porous Sandstones", *J. Geophys. Res.*, **111**, 2006.
- Crawford B.R. and Yale D.P., "Constitutive Modelling of Deformation and Permeability: Relationships between Critical State and Micromechanics", *SPE/ISRM*, **78189**, 2002.
- Dautriat J., Gland N., Dimanov A. and Raphanel J.L., "Axial and Radial Permeability Evolutions of Compressed Sandstones: End Effects and Shear Band Induced Permeability Anisotropy", *Pure & Appl. Geophys.*, **submitted**, 2008.
- Dautriat J., Gland N., Youssef S., Rosenberg E. and Bekri S., "Stress-Dependent Permeabilities of Sandstones and Carbonates: Compression Experiments and Pore Network Modelings", *SPE/ATCE*, **110455**, 1-22, 2007.
- Heiland J. and Raab S., "Experimental Investigation of the Influence of Differential Stress on Permeability of a Lower Permian Sandstone Deformed in the Brittle Deformation Field", *Phys. Chem. Earth (A)*, **26**, 33-38, 2001.
- Jones J.P. and Mathiesen, E., "Pore Pressure Change and Compaction in North Sea Chalk Hydrocarbon Reservoirs", *Int. J. Rock Mech. Min. Sci.*, **30**, 1205-1208, 1993.
- Louis L., Robion P. and David C., "A Single Method for the Inversion of Anisotropic Data Sets with Application to Structural Studies", *J. Struct. Geol.*, **26**, 2065-2072, 2004.
- Rhett D. W. and Teufel L. W.: "Stress Path Dependence of Matrix Permeability of North Sea Sandstone Reservoir Rock", *Proc. 33rd US Symp. Rock Mechanics*, 345-355, 1992.
- Schutjens P.M.T.M. and De Ruig H., "The Influence of Stress Path on Compressibility and Permeability of an Overpressurized Reservoir Sandstone.", *Phys. Chem. Earth (A)*, **22**, 97-103, 1997.
- Shafer J.L., Boitnott G.N. and Ewy R.T., "Effective Stress Laws for Petrophysical Rock Properties", *Proc. 49th SPWLA Annual Symp.*, 1-15, 2008.
- Yale D.P. and Crawford B., "Plasticity and Permeability in Carbonates: Dependence on Stress Path and Porosity", *SPE/ISRM*, **47582**, 485-494, 1998.
- Yale D.P., "Coupled Geomechanics - Fluid Flow Modeling: Effects of Plasticity and Permeability Alteration", *SPE/ISRM*, **78202**, 1-10, 2002.

COMPORTEMENT HYDRO-MECANIQUE DE ROCHES RESERVOIR SOUS CONTRAINTES :

Relations entre évolution de perméabilité et échelles des mécanismes d'endommagement

Résumé :

La compréhension et la prévention des mécanismes d'endommagement ayant un impact sur les cinétiques de production et les taux de récupération reste un problème ouvert en ingénierie de réservoir. L'objectif de cette étude repose sur la caractérisation du comportement hydromécanique de roches gréseuses et carbonatées en 'condition de réservoir' et l'identification des mécanismes locaux responsables des évolutions de perméabilité mesurables macroscopiquement. L'essentiel du travail expérimental s'est articulé autour d'un dispositif triaxial original, permettant de mesurer en cours de chargement les évolutions de perméabilité dans les directions principales du tenseur de contraintes. La validation de notre protocole effectuée, une première campagne d'essais en compression hydrostatique et uniaxiale sur les grès de Fontainebleau et de Bentheim permet, d'une part, une analyse plus fine du comportement intrinsèque de ces matériaux par la mise en évidence et la prise en compte d'effets expérimentaux, et d'autre part d'étudier l'impact de l'endommagement fragile sur les perméabilités directionnelles. Une seconde série d'expériences de compression, selon différents chemins de chargement, a été réalisée sur un carbonate, le calcaire d'Estailades. En régime de déformation élastique, la modélisation de la réduction de perméabilité a été appréhendée par une approche Réseau de Pores, basée sur une représentation simplifiée de l'espace poreux et extraite des reconstructions 3D par μ -tomographie RX. Si la rupture fragile des échantillons ne perturbe que très peu la perméabilité initiale, à plus haute pression effective, les diminutions de perméabilité peuvent atteindre 90% et sont alors associées aux mécanismes de pore collapse. L'analyse des échantillons déformés, couplée aux techniques de corrélation d'images acquises in-situ sur des dispositifs de compression simple sous MEB et sous Optique, permet une meilleure prise compte du rôle des échelles d'hétérogénéités dans la localisation des déformations et de mieux définir leur impact sur les évolutions de perméabilités à l'échelle de l'échantillon.

Mots-Clés : Roches réservoirs, Essais triaxiaux, Perméabilités directionnelles, Approche multi-échelles, Extensiométrie par mesures de champs.

HYDROMECHANICAL BEHAVIOUR OF RESERVOIR ROCKS UNDER STRESSES:

Relationships between permeability evolutions and scales of damage mechanisms

Abstract :

The Understanding and the prevention of damage mechanisms, which have an impact on the kinetics of production and the rate of recovery, remain an outstanding issue in reservoir engineering. The aim of this study, based on the characterization of the hydromechanical behaviour of sandstone and carbonate rocks in 'reservoir conditions', is the identification of the local mechanisms responsible for changes in permeability measured macroscopically. The experimental work was performed with an original triaxial set-up, which allows measurements of the stress-induced permeability evolutions in the principal directions of the stress tensor. A first experimental campaign, consisting in hydrostatic and uniaxial compression tests, has been performed on Fontainebleau and Bentheim sandstones. In one hand, we showed that experimental end-effects might affect significantly the 'classical' axial permeability measurements, and in the other hand, we have determined the impact of brittle failure on directional permeabilities. Compression experiments, following different stress-paths, were also carried out on a carbonate, the Estailades limestone. In elastic deformation regime, the reduction of permeability was modeled by pore network simulations, based on 3D reconstructions of μ -tomography RX and a simplified representation of the pore space. While brittle fracture of carbonate samples induced slight permeability evolutions, at higher effective pressure, permeability drops can reach 90% to the initial values and are associated with mechanisms of pore collapse. The post-mortem analysis of deformed samples, coupled with digital image correlation methods, using both SEM and Optical acquisition devices, provide a better understanding of the role of the heterogeneities, identified at different scales, in the strain localization and their potential impacts on permeability changes at the sample scale.

Keywords : Reservoir Rocks, Triaxial compression tests, Directional permeabilities, Multi-scales approach, Digital Image Correlation.